Untersuchungen zu Struktur- und Bindungsverhältnissen in METHYLZINNCHALKOGENIDEN

Dissertation
zur Erlangung des Grades
„Doktor
der Naturwissenschaft"
am Fachbereich Chemie
der Johannes Gutenberg-Universität
in Mainz

Axel Blecher
geb. in Rodheim v. d. H.

Mainz, 1980

Untersuchungen
zu
Struktur- und Bindungsverhältnissen
in
METHYLZINNCHALKOGENIDEN

Dissertation
zur Erlangung des Grades
„Doktor
der Naturwissenschaft"
am Fachbereich Chemie
der Johannes Gutenberg-Universität
in Mainz

Axel Blecher
geb. in Rodheim v. d. H.

Mainz, 1980

UNIV.
LEIDEN
BIBL.

Dekan: Prof. Dr. W. Liptay

1. Berichterstatter: Prof. Dr. G. Gattow

2. Berichterstatter: Prof. Dr. M. Dräger

Tag der mündlichen Prüfung: 18.12.1980

		Seite
	Abkürzungen und Symbole	
1.	Einleitung	1
1.1	Methylzinnchalkogenide	1
1.2	Literaturübersicht	2
1.3	Aufgabenstellung	9
2.	Darstellung	10
2.1	Reaktionsprinzip	10
2.1.1	Umsetzung von Organozinnhalogenid mit Alkalimetallchalkogenid	10
2.1.2	Umsetzung von Dialkylzinnoxid mit Alkalimetallchalkogenid	13
2.1.3	Umsetzung von Organozinnhydrid mit elementarem Chalkogen	14
2.2	Arbeitsvorschriften und analytische Daten	17
2.2.1	Darstellung und Reinigung der Ausgangsverbindungen	17
2.2.1.1	Dimethylzinndichlorid	17
2.2.1.2	Methylzinntribromid	17
2.2.1.3	Natriumhydrogenchalkogenid	20
2.3	Hexamethyltrichalkogenatristanninane	21
2.3.1	Hexamethyltrithiatristanninan	21
2.3.2	Hexamethyltriselenatristanninan	21
2.3.3	Hexamethyltritelluratristanninan	23
2.4	Hexamethyltrichalkogenatristanninane mit unterschiedlichen Chalkogenatomen	27
2.5	Tetramethylhexachalkogenatetrastannaadamantane	32

		Seite
2.5.1	Tetramethylhexathiatetrastannaadamantan	33
2.5.2	Tetramethylhexaselenatetrastannaadamantan	34
3.	Untersuchungen in der Gasphase und in Lösung	36
3.1	Massenspektrometrie	36
3.1.1	Hexamethyltrichalkogenatristanninane	36
3.1.2	Tetramethylhexachalkogenatetrastannaadamantane	39
3.1.3	Experimentelles	41
3.2	Kernmagnetische Resonanz	42
3.2.1	Chemische Verschiebung	47
3.2.2	Kopplungskonstanten	61
3.2.3	Experimentelles	71
4.	Eigenschaften im festen Zustand	72
4.1	Röntgenstrukturanalysen	72
4.1.1	Hexamethyltrichalkogenatristanninane	72
	(Sechsringsysteme mit Twist-Wanne-Konformation)	
4.1.1.1	Hexamethyltriselenatristanninan	74
4.1.1.2	Hexamethyltritelluratristanninan	87
4.1.2	Tetramethylhexachalkogenatetrastannaadamantane	98
4.1.3	Strukturchemische Volumenregel	109
4.2	Mößbauerspektren der Hexamethyltrichalkogenatristanninane	112
4.3	Schwingungsanalyse	125
4.3.1	Normalkoordinatenanalyse	134
4.3.1.1	Kartesische und innere Koordinaten	142
4.3.1.2	Kraftfeld und Abschätzung von Kraftkonstanten	146
4.3.2	Hexamethyltrichalkogenatristanninane	152

Seite

4.3.3 Tetramethylhexachalkogenatetrastannaadamantane 166

4.3.4 Experimentelles 178

5. Struktur- und Bindungsverhältnisse 180

6. Zusammenfassung 186

7.1 Literaturverzeichnis 187

7.2 Monographien 201

Anhang

I. Röntgenstrukturanalyse

Lageparameter, Temperaturfaktoren, berechnete und gemessene Strukturfaktoren 205

a) Hexamethyltriselenatristanninan 205

b) Hexamethyltritelluratristanninan (Pnam) 207

c) Hexamethyltritelluratristanninan ($Pna2_1$) 214

d) Tetramethylhexaselenatetrastannaadamantan 221

II. Normalkoordinatenanalyse, Z-Matrix und X-Matrix 229

a) Hexamethyltrichalkogenatristanninane 229

b) Tetramethylhexachalkogenatetrastannaadamantane 231

Abkürzungen und Symbole

d_{25}	Dichte bei 25°C
δ	Isomerieverschiebung
δ	Chemische Verschiebung
$-\Delta\delta$	Hochfeldverschiebung
$+\Delta\delta$	Tieffeldverschiebung
EA	Elementaranalyse
ΔE_Q	Quadrupolaufspaltung
Fp	Schmelzpunkt
h	Stunde
IR	Infrarotspektrum
J	Kopplungskonstante
Kp	Siedepunkt
Kp_{18}	Siedepunkt bei 18 mm Hg
Mod	Modifikation
MÖ	Mößbauerspektrum
MS	Massenspektrum
MW	Molekulargewichtsbestimmung
μ	Dipolmoment
μ	Linearer Absorptionskoeffizient
n_D^{20}	Brechungsindex bei 20°C
R	Organischer Rest
R	Konventioneller kristallographischer R-Wert, Definition $R = \sum (\|\|F_o\| - \|F_c\|\|) / \sum \|F_o\|$
Rw	Gewichteter R-Wert $Rw = [\sum w \cdot (\|F_o\| - \|F_c\|)^2 / \sum w \|F_o\|^2]^{1/2}$
RE	Ramanemission
Struktur	Röntgenstrukturanalyse
X	Nucleophiler Substituent
Z	Zersetzung

1. Einleitung

1.1. Methylzinnchalkogenide

Die Chalkogene Schwefel, Selen und Tellur können, wie auch der Sauerstoff, mit Zinn stabile Verbindungen mit weitgehend kovalenten Atombindungen eingehen. Schon 1860 berichtet KULMITZ [95] von der Darstellung des ersten Alkylzinnsulfides aus Triethylzinnbromid und Schwefelwasserstoff. Das Bis(triethylzinn)sulfid kann als Ausgangspunkt der zahlreichen Organozinn-Schwefelverbindungen angesehen werden. Nach 1950 gewinnen diese Verbindungen technische Bedeutung als wirksame PVC - Stabilisatoren, Schmiermittelzusätze, Fungizide, Insektizide und Bakterizide [A1,169]. Dies führte zu eingehenderen Untersuchungen, so daß bis 1967 schon 270 verschiedene Organozinn-Schwefelverbindungen beschrieben worden sind [A1].

Die Zahl der bekannten Organozinn-Selen- oder Tellurverbindungen ist weitaus geringer; bisher wurde nahezu keine technische Anwendung erkannt. Als erste Vertreter dieser Verbindungsklasse werden von BAKER [10] (1942) /$(C_4H_9Se)_4Sn$/ und in einer Patentschrift von WEINBERG [174] (1957) / $[(C_4H_9)_2SnTe]_n$/ erwähnt.

In der vorliegenden Arbeit sollen nur Zinn-Schwefel-, Zinn-Selen- und Zinn-Tellurverbindungen behandelt werden, bei denen das Chalkogenatom an zwei methylsubstituierte Zinnatome gebunden ist, also Verbindungen, die sich mit der allgemeinen Summenformel

$[((CH_3)_{4-n}Sn)_2X_n]_m$ (n=1;2;3; m=1;1.5;2; X=S,Se,Te)

beschreiben lassen.

1.2. Literaturübersicht

Die folgende Zusammenstellung enthält die bisher in der Literatur beschriebenen Untersuchungen an Methylzinnchalkogeniden, die der oben erwähnten Summenformel gehorchen. In der Liste der Organozinntelluride sind auch zum Teil ähnliche Verbindungen berücksichtigt, die zumindest die Baugruppe Sn-Te-Sn aufweisen.

Es wird jeweils nur der erste Verfasser erwähnt, die Reihenfolge ist weitgehend chronologisch. Bei der Aufzählung der Reaktanden und des Reaktionsmediums bleibt die Stöchiometrie unberücksichtigt. Der Aufzeichnungsbereich der Infrarot-(IR) und Ramanspektren (RE) wird in Wellenzahlen (cm^{-1}) angegeben. Das Lösungsmittel der Kernresonanzspektren wird erwähnt. Das Vorliegen einer Röntgenstrukturanalyse wird mit "Struktur" angezeigt. Eigene Arbeiten sind durch ein * gekennzeichnet. Die Bezeichnung der Verbindungen folgt den Nomenklaturangaben in HOUBEN-WEYL [B1].

Tabelle 1.1 Literaturübersicht

Bis(trimethylzinn)sulfid $[(CH_3)_3Sn]_2S$

	Edukte	Spektren	Zusätzl. Daten
Kraus,[90]	$[(CH_3)_3Sn]_2 + S_8$		Fp:6°; d_{25}:1.649; EA
(1925)			Kp:233.5-235.5°
Harada,[68]	$(CH_3)_3SnJ + Na_2S$		Kp_{18}:118°
(1942)			
Kriegsmann,[92]	$(CH_3)_3SnBr + H_2S$	IR:800-500	Kp_{11}:107°
(1963)		RE:600- 60	
Schmidbaur,[138]		^1H-NMR/CCl_4	
(1964)			
Abel,[1]	$(CH_3)_3SnSR + S_8$	IR:3000-500	n_D^{20}:1.56
(1965)			
Kriegsmann,[93]	$(CH_3)_3SnBr + (NH_4)_2S$	IR:3000-500	Kp_{15}:118°
(1965)		RE:3000- 60	
Abel,[2]			Reaktion mit $SbCl_3$
(1966)			
Abel,[3]		IR-Verschiebung	Bestimmung der relativen
(1965)		$CHCl_3/CDCl_3$	Basizität
Abel,[4]		^1H-NMR Shiftänderung	" " "
(1967)		b. Verdünnung mit $CHCl_3$	
Abel,[5]		^1H-NMR/CCl_4	
(1968)			
Harrison,[70]		IR:3000-300;MS	
(1973)		RE:3000- 70	
Schumann,[148]		IR:400-300; ^1H-NMR/C_6H_6	
(1973)		RE:400- 50	
Distefano,[42]		UV-Photoelektronen-	
(1974)			
Schumann,[151]		^1H-NMR/C_6H_6	
(1974)		$^2J(^1H-^{115}Sn)$	
Sorriso,[158]			μ:2.62D; $\sphericalangle$Sn-S-Sn:124°
(1974)			
Kennedy,[83]		^1H-, ^{13}C-, ^{119}Sn-NMR	
(1975)		/CH_2Cl_2	

Tabelle 1.2 Literaturübersicht

Bis(trimethylzinn)selenid $[(CH_3)_3Sn]_2Se$

	Edukte	Spektren	zusätzl. Daten
Kriegsmann,[92] (1963)	$(CH_3)_3SnBr + H_2Se/H_2O$	IR:550-500 RE:550- 60	Kp_{15}:118°
Ruidisch,[134] (1963)	$(CH_3)_3SnSeLi$ + $(CH_3)_3SnCl$	^1H-NMR	Kp_1:72°;Fp: -8°; EA
Schmidbaur,[138] (1964)		^1H-NMR/CCl_4	
Kriegsmann,[93] (1965)	$(CH_3)_3SnBr + Na_2Se$	IR:3000-500 RE:3000- 50	Kp_{15}:118°
Schumann,[147,149] (1970/73)		IR:3000- 50; ^1H-NMR/C_6H_6 RE:3000- 70	
Schumann,[151] (1974)		^1H-NMR/C_6H_6 $^2J(^1H-^{115}Sn)$	
Kennedy,[82] (1975)	$(CH_3)_3SnLi$ + Se + $(CH_3)_3SnCl$	$^{77}Se-$, ^{119}Sn-NMR/CH_2Cl_2	$Kp_{0.9}$:61-63°
Kennedy,[83] (1975)		$^1H-$, $^{13}C-$, $^{77}Se-$, ^{119}Sn-NMR/CH_2Cl_2	

Tabelle 1.3 Literaturübersicht

Bis(triorganylzinn)tellurid $(R_3Sn)_2Te$

R =		Edukte	Spektren	zusätzl. Daten
C_6H_5-	Schumann,[142,143,144] (1963/64/65)	$R_3SnTeLi + R_3SnCl$/THF	IR: 500-250	Fp:149-50°;EA;MW
C_2H_5-	Vyazankin,[171] (1966)	R_3SnH + Te/130° für 2 h		$Kp_{1.5}$:145°
C_2H_5-	Vyazankin,[172,173] (1966/67)	$R_3SnH + R_2Te$/60° für 2h		Kp_1:121°
C_2H_5-	Egorochkin,[51,52] (1966/67)		^1H-NMR;IR	
CH_3-	Schumann,[147,150] (1970/73)	$R_3SnCl + Na_2Te/C_6H_6$	IR:3000-50; ^1H-NMR/C_6H_6 RE:3000-50	$Kp_{0.5}$:70-72°; EA;MW
CH_3-	McFarlane,[109] (1973)		$^1H-$, $^{125}Te-$NMR/CH_2Cl_2	
CH_3-	Schumann,[151] (1974)		^1H-NMR/C_6H_6 $^2J(^1H-^{115}Sn)$	
CH_3-	Kennedy,[82] (1975)	$R_3SnLi + Te + R_3SnCl$	$^{119}Sn-$, ^{125}Te-NMR/CH_2Cl_2	Kp_3:95°
CH_3-	Kennedy,[83] (1975)		$^{13}C-$, $^{119}Sn-$, ^{125}Te-NMR/CH_2Cl_2	

Tabelle 1.4 Literaturübersicht

2.2.4.4.6.6-Hexamethyl-1.3.5-trithia-2.4.6-tristanninan $[(CH_3)_2SnS]_3$

	Edukte	Spektren	zusätzl. Daten
Pfeiffer,[122] (1910)	$(CH_3)_2SnJ_2 + H_2S/H_2O$		EA
Kozeschkow,[89] (1933)	$(CH_3)_2SnCl_2 + H_2S/H_2O$		Fp:148°;EA
Harada,[68] (1947)	$(CH_3)_2SnJ_2 + KHS/C_2H_5OH$		MW:trimere Formeleinheit
Brown,[21] (1960)	$(CH_3)_2SnCl_2 + H_2S/H_2O$	IR:1500-400	Fp:148°
Reichle,[131] (1961)	$[(CH_3)_2SnO]_n + Na_2S/H_2O$		Fp:151°;EA
Reichle,[132] (1962)	$[(CH_3)_2SnO]_n + CS_2/140°$ für 26h		Fp:149°;EA
Moedritzer,[115] (1964)		^1H-NMR/CCl_4	
Goldshtein,[62] (1967)			Fp:149° μ=1.810:Wannenkonf.
Schumann,[146] (1967)	$(CH_3)_2SnCl_2 + Na_2S$	IR:3000-290	
Hunter,[75] (1968)		^{119}Sn-NMR/CS_2	
Kriegsmann,[92,94] (1963/68)	$(CH_3)_2SnBr_2 + H_2S/H_2O$	IR:3000-500 RE:3000-120	Fp:148°

Shindo,[155] (1968)		IR:600-300	Debye-Scherrer-Aufn.
Davies,[37] (1969)		^{119}Sn-NMR/C_6H_6	
Brown,[20] (1970)		MÜ	
Khrapov,[85] (1970)		MÜ	
Harrison,[69] (1971)		^{119}Sn-NMR/CH_2Cl_2	
Harrison,[70] (1973)		RE:400-300;MS	
Smith,[54] (1973)		^{119}Sn-NMR/C_6H_6;CH_2Cl_2; CS_2	
Menzebach,[111] (1975)	$(CH_3)_2SnCl_2$ + Na_2S/H_2O		Struktur(tetragonal)
* Mathiasch,[100] (1975)		MS	
Herber,[72] (1976)		RE:200-20;MÜ	
Jacobsen,[76,77] (1977)	$(CH_3)_2SnCl_2$ + Na_2S/C_6H_6		Struktur(monoklin)
* Blecher,[18] (1980)		^{119}Sn-NMR/C_6H_6	

Tabelle 1.5 Literaturübersicht

2.2.4.4.6.6-Hexamethyl-1.3.5-triselena-2.4.6-tristanninan $[(CH_3)_2SnSe]_3$

	Edukte	Spektren	zusätzl. Daten
Weinberg,[174,175] (1957/59)	$(CH_3)_2SnCl_2 + Na_2Se/H_2O$		
Schmidt,[139,140] (1961/63)	$(CH_3)_2SnCl_2 + Na_2Se/C_6H_6$		Fp:119°;MW;EA
Reichle,[131] (1961)	$[(CH_3)_2SnO]_n + Na_2Se/H_2O$: kein Ergebnis		
Kriegsmann,[92,94] (1963/68)	$(CH_3)_2SnBr_2 + H_2Se/H_2O$	IR:3000-500 RE:3000-250	Fp:120°
* Mathiasch,[100] (1975)	$(CH_3)_2SnCl_2 + H_2Se/H_2O$	IR:3000- 50;MS RE:3000- 50	Fp:120/1°
* Dräger,[46] (1978)	$(CH_3)_2SnCl_2 + H_2Se/H_2O$		Struktur
* Blecher,[18] (1980)		^{119}Sn-NMR/C_6H_6	

Tabelle 1.6 Literaturübersicht

Dialkylzinntellurverbindungen

		Edukte	Spektren	zusätzl. Daten
$[(C_4H_9)_2SnTe]_3$	Weinberg,[174,175] (1957/59)	$[(C_4H_9)_2SnO]_n + H_2Te$/ Toluol		
$[(CH_3)_2SnTe]_3$	Reichle,[131] (1961)	$[(CH_3)_2SnO]_n + Na_2Te/H_2O$: kein Ergebnis		
$[(t\text{-}C_4H_9)_2SnTe]_2$	Puff,[127] (1977)	$(t\text{-}C_4H_9)_2SnCl_2 + Na_2Te$ $[(t\text{-}C_4H_9)_2Sn]_4 + Te$		Gitterkonstanten u. Zelldaten
$[(CH_3)_2Sn]_3Te_2$	Mathiasch,[101,102,103] (1977)	$(CH_3)_2SnH_2 + Te + DMF$ in Diethylether	^1H-NMR/C_6H_6;MS ^{13}C-NMR/C_6D_6	Fp:55°;EA
$[(CH_3)_2SnTe]_3$ *	Blecher,[16] (1978)	$(CH_3)_2SnH_2 + Te$ in Diethylether	IR:600-40;MS ^1H-NMR/C_6H_6	Fp:78°;MW;EA
$[(CH_3)_2SnTe]_3$ *	Blecher,[17] (1979)	$(CH_3)_2SnCl_2 + NaHTe/H_2O$		Struktur
$[(CH_3)_2SnTe]_3$ *	Blecher,[18] (1980)		^{119}Sn-NMR/C_6H_6	
$[(CH_3)_4Sn_2Te]_2$	Mathiasch,[106] (1980)	$(CH_3)_4Sn_2Cl_2 +$ $NaHTe/H_2O$	IR:550-40;UV RE:550-40;MS ^1H-, ^{13}C-NMR/C_6D_6	Fp:87°Z;EA

Tabelle 1.7 Literaturübersicht

1.3.5.7-Tetramethyl - 2.4.6.8.10-hexachalkogena - 1.3.5.7-tetrastannaadamantane

$(CH_3SnX_{1.5})_4$ (X=S,Se)

X=		Edukte	Spektren	zusätzl. Daten
S	Pfeiffer,[120] (1903)	$CH_3SnBr_3 + H_2S/H_2O$		
S	Pfeiffer,[121] (1903)	$CH_3SnJ_3 + H_2S/H_2O$		
S	Pfeiffer,[122] (1910)	$CH_3SnOOH + H_2S/H_2O$		
Se	Tchakirian,[161] (1950)	$CH_3SnOOH + H_2Se/H_2O$		EA
S,Se	Kriegsmann,[92] (1963)	$CH_3SnBr + H_2S(H_2Se)/H_2O$	IR:550-500	
S	Forstner,[56] (1966)	$CH_3SnCl_3 + Na_2S/H_2O$,Aceton	^{1}H-NMR/DMSO	EA
S	Komura,[88] (1966)	$(CH_3Sn)_2O_3 + HCl + Na_2S/H_2O$		Fp:250°Z;EA
S	Dörfelt,[43,44] (1968/69)	$CH_3SnCl_3 + Na_2S/H_2O$		Struktur
S	Davies,[39] (1972)	$CH_3SnCl_3 + Na_2S$	MÖ	Fp:230°Z;EA
S	Kobelt,[87] (1972)			Struktur
S	Müller,[116] (1973)		IR:3000-50 RE:3000-50	Normalkoordinaten-analyse

1.3 Aufgabenstellung

Die Literaturübersicht Abschnitt 1.2 zeigt ein Ungleichgewicht zwischen der Anzahl beschriebener Zinn-Schwefel-Verbindungen einerseits und heteroanaloger Zinn-Selen- und Zinn-Tellur-Verbindungen andererseits. Dabei stellt sich die Frage, ob bisher unbekannte Heteroanaloga wie $[(CH_3)_2SnTe]_n$ darstellbar und ob die Exsistenz nur beiläufig beschriebener Verbindungen wie $(CH_3Sn)_2Se_3$ bestätigt werden kann.
Mit Hilfe von Röntgenstrukturanalysen, Kernresonanzuntersuchungen und Schwingungsspektren sollen strukturelle Beziehungen und Änderungen der Bindungseigenschaften in Abhängigkeit vom Chalkogenatom aufgezeigt werden.

2. Darstellung

2.1. Reaktionsprinzip

Die Reaktionsprinzipien der experimentell durchgeführten Darstellungsmethoden sollen im folgenden kurz skizziert werden. Für die angesprochenen Zinn-Schwefelverbindungen werden, wie auch die Literaturübersicht zeigt, eine Vielzahl von Präparationsmethoden beschrieben, die sich zum Teil auf die Darstellung der Zinn-Selen- und Tellurverbindungen übertragen lassen.

2.1.1 Umsetzung von Organozinnhalogenid mit Alkalichalkogenid

Am weitesten verbreitet und am universellsten zur Darstellung der Tri-, Di- und Monoorganozinnchalkogenide ist die Reaktion von Alkyl- oder Arylzinnhalogenid bzw. -oxid mit Chalkogenwasserstoff und dessen Alkalimetallsalzen. Die Reaktion wird meistens in wäßriger Lösung durchgeführt, jedoch wird auch Alkohol oder Benzol sowie Toluol als Reaktionsmedium benutzt. Als Beispiel soll die Umsetzung von Dimethylzinndichlorid mit Schwefelwasserstoff näher erläutert werden. Bei der Beschreibung des Reaktionsweges ist zu berücksichtigen, daß das eingesetzte Dimethylzinndihalogenid in wäßriger Lösung hydratisiert und zumindest teilweise hydrolysiert ist[61,162].

Das Löslichkeitsverhalten von $(CH_3)_2SnCl_2$ in Wasser ist näher untersucht worden[54,133,163] und wird wie folgt beschrieben:

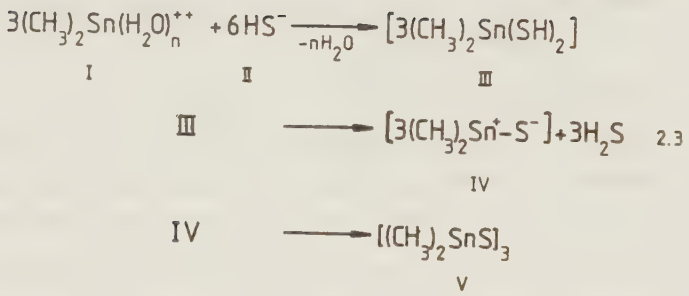
$$(CH_3)_2SnCl_2 + 4H_2O \xrightarrow{H_2O} (CH_3)_2Sn(H_2O)_4^{++} + 2Cl^- \qquad 2.1$$

Die angegebene Hydratationszahl ist zwar geschätzt, jedoch nicht ungewöhnlich. Auf Grund seiner energetisch günstig liegenden d - Orbitale kann Zinn seine Koordinationszahl auf 5 oder 6 erhöhen (sp^3- ⟶ sp^3d- ⟶ sp^3d^2- ⟶ in Ausnahmefällen sp^3d^4- Hybride) [36] . Die Existenz des $(CH_3)_2Sn^{2+}$•aq Kations in wäßriger Lösung kann auch mit Hilfe von Kernresonanzmessungen gezeigt werden. Während $(CH_3)_2SnCl_2$, $(CH_3)_2SnBr_2$ und $(CH_3)_2SnJ_2$ in Chloroform unterschiedliche ^{1}H-NMR-Parameter haben, werden bei einer 1 molaren Lösung in D_2O für alle 3 Dimethylzinndihalogenide die gleiche chemische Verschiebung und die gleichen Kopplungskonstanten gefunden [107,165] . In allen Konzentrationsbereichen reagiert die wäßrige Lösung von $(CH_3)_2SnCl_2$ sauer: so zeigt eine 2×10^{-3} molare Lösung einen pH-Wert von 3 [133], für die bei den zu beschreibenden Umsetzungen eingesetzte 1 molare Lösung wird ein pH-Wert von 1.3 bestimmt. Daraus ist zu schließen, daß das $(CH_3)_2Sn(H_2O)_n^{++}$ Brönstedtacidität besitzt:

$$(CH_3)_2Sn(H_2O)_n^{++} + H_2O \longrightarrow (CH_3)_2Sn(H_2O)_{n-1}OH^+ + H_3O^+ \quad 2.2$$

Während die 2×10^{-3} molare Lösung zu 47% hydrolysiert ist, ist die 1 molare Lösung nur noch zu etwa 5% hydrolysiert. Eine weitere Hydrolyse zum neutralen $(CH_3)_2Sn(OH)_2$ ist bei pH < 5 nicht zu erwarten [162]. In der 1 molaren wäßrigen Lösung von $(CH_3)_2SnCl_2$ liegen also fast nur $(CH_3)_2Sn(H_2O)_n^{++}$ (I) Ionen vor. H_2S ist in Wasser ebenfalls dissoziiert und reagiert im sauren Bereich als HS^- (II). Somit kann folgender nukleophiler Angriff des HS^- am Sn unter Verdrängung des H_2O

formuliert werden:



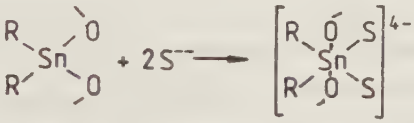
Das Dimethylzinnkation (I) reagiert mit dem Hydrogensulfidanion (II) zu dem Dimethylzinndithiol (III), das aber nur im alkalischen Bereich beständig ist und im weniger alkalischen Medium als Zwitterion (IV) vorliegt. (IV) oligomerisiert zum Hexamethyltrithiatristanninan (V). Die einzelnen Reaktionsschritte von (III) nach (V) laufen sehr schnell ab; dies kann mit einer verstärkten Nukleophilie des S^- im Zwischenprodukt (IV) erklärt werden. Daher kann man auch bei Zugabe eines Unterschusses von HS^- keine Zwischenstufe isolieren, sondern nur reines Endprodukt (V) erhalten. Würde HS^- mit $(CH_3)_2Sn^+OH$, das allerdings nur zu 5% in der 1 molaren wäßrigen $(CH_3)_2SnCl_2$ Lösung vorliegt, reagieren, so sollten auch Produkte gefunden werden, die sowohl Schwefel als auch Sauerstoff enthalten. Die schlechte Löslichkeit in H_2O verursacht einen kinetisch kontrollierten Ablauf.

Wird an Stelle von H_2S als Chalkogenlieferant Na_2S oder NaHS benutzt, kann die Umsetzung analog beschrieben werden, da

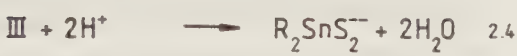
auch in diesen Lösungen vorwiegend HS^- vorliegt. Ein entsprechender Reaktionsweg läßt sich auch für CH_3SnBr_3 formulieren, da CH_3SnBr_3 in wäßriger Lösung analog 2.1 in CH_3Sn^{3+} und $3\,Br^-$ dissoziiert [165,168].

2.1.2 Umsetzung von Dialkylzinnoxid mit Alkalimetallchalkogenid

Für die Reaktion von Dialkylzinnoxiden mit Natriumsulfid hat REICHLE [131] einen ähnlichen Mechanismus vorgeschlagen, von dem die Anfangsschritte zitiert werden:



I II III



2.4

IV

V

Zunächst ist zu berücksichtigen, daß die Reaktion bei pH > 7 abläuft, da das als Edukt verwendete Dimethylzinnoxid nur im alkalischen Bereich (pH > 10) in Wasser löslich ist [133]. Es wird die doppelt molare Menge Natriumsulfid eingesetzt, um die lösliche hexakoordinierte Spezies (III) zu erhalten,

die nach Ansäuern mit Essigsäure in ein Dithiolatanion (IV) übergeht, das nach weiterem Ansäuern das Dialkylzinndithiol (V) bildet. Die weiteren Reaktionsschritte verlaufen analog 2.3 . Die Existenz des Dithiolatanions (IV) wird durch Umsetzung mit Benzylchlorid zum Dimethylzinnbis(benzylsulfid) sichergestellt[131], (III) und Benzylchlorid reagieren nicht. REICHLE[131] versuchte auch wäßriges Natriumtellurid und wäßriges Natriumselenid einzusetzen, konnte aber nur Zersetzungsprodukte isolieren.

2.1.3 Umsetzung von Organozinnhydrid mit elementarem Chalkogen

Eine weitere Darstellumgsmöglichkeit für Organozinnchalkogenverbindungen ist die Umsetzung von elementarem Chalkogen mit Organozinnhydriden oder oligomerem Tri- bzw. Diorganozinn zu Bis(triorganozinn)chalkogenid oder Diorganozinnchalkogenid. Die Verwendung von Tetraorganozinnverbindungen als Reaktand führt nur zu Diorganozinnchalkogeniden. Der Reaktionsweg soll beispielhaft an der Umsetzung von Organostannanen mit Tellur erläutert werden.

Nach ANDERSON (1957)[9] kann man auf Grund der Oxidationspotentiale und der Ionisierungspotentiale erwarten, daß $(C_2H_5)_3SnH$ bereitwillig mit elementarem Tellur reagiert. So erhält man beim Erhitzen von $(C_2H_5)_3SnH$ mit elementarem Tellur (evakuierte Ampulle, 2h, 130°C) in 63%iger Ausbeute Bis(triethylzinn)tellurid[171] . Weitaus milder sind die von

MATHIASCH[103] benutzten Reaktionsbedingungen, der zur Darstellung von 2.4.5-Hexamethyl-1.3-ditellura-2.4.5-tristannolan Dimethylstannan in Diethylether auf elementares Tellur kondensiert und nach Zusatz von Dimethylformamid 24h bei Raumtemperatur unter Schutzgas beläßt. Als Nebenprodukt wird etwas Hexamethyltritelluratristanninan gefunden. Verzichtet man auf den Zusatz von Base, so daß die Enthydrierung, jetzt nicht mehr durch eine Base katalysiert, sehr viel langsamer abläuft, besteht das Hauptprodukt aus Hexamethyltritelluratristanninan, das mit etwas Hexamethylditelluratristannolan verunreinigt ist. Es laufen also zwei Reaktionen gleichzeitig ab:

1) Die Enthydrierung, die über ein Stannylen $(CH_3)_2Sn$ zur Bildung von Organozinnoligomeren führt [117].

2) Die Reduktion des Tellur durch Dimethylzinndihydrid $(CH_3)_2SnH_2$ zu Tellurwasserstoff und $[(CH_3)_2SnTe]_3$.

$$3(CH_3)_2SnH_2 + 6Te \longrightarrow [(CH_3)_2SnTe]_3 + 3H_2Te \qquad 2.5$$

Unter vergleichbaren Bedingungen verläuft die Reduktion schneller als die Enthydrierung, so daß das Tritelluratristanninan als Hauptprodukt gebildet wird. Durch Wahl eines entsprechenden Katalysators läßt sich die Reaktionsgeschwindigkeit der Enthydrierung beschleunigen [117], dies ist am Produktverhältnis von Ditelluratristannolan zu Tritelluratristanninan erkennbar.

Die Reduktionsreaktion wird wesentlich vom Oxidationspotential

und von der abnehmenden Löslichkeit der Chalkogene im unpolaren Lösungsmittel (S > Se > Te) beeinflußt.

Oxidationspotentiale

$S + 2H^+ + 2e^- \longrightarrow H_2S$ 0.141 V

$P + 3H^+ + 3e^- \longrightarrow PH_3(g)$ -0.04 V

$Se + 2H^+ + 2e^- \longrightarrow H_2Se$ -0.36 V

$Te + 2H^+ + 2e^- \longrightarrow H_2Te$ -0.69 V

Ohne Berücksichtigung der Löslichkeit läuft die Reaktion 2.5 um so langsamer ab, je negativer das Oxidationspotential des eingesetzten Chalkogens wird (S > Se > Te). Es ist also zu erwarten, daß alle Elemente mit einem positiveren Oxidationspotential als Tellur noch mit Dimethylstannan reagieren (z.B. $2\ P_4 + 6(CH_3)_2SnH_2 \longrightarrow [(CH_3)_2Sn]_6P_4 + 4PH_3$ [104]).

Erwähnenswert zur Darstellung von Zinnchalkogenverbindungen scheinen noch die Reaktionen von Bis(triorganozinn)oxid oder Diorganozinnoxid mit CS_2 [132], sowie die Umsetzung von Alkalitriorganozinnchalkogenid mit Triorganozinnhalogenid [134,142,143, 144], die bei den vorliegenden Untersuchungen nicht angewendet wurden oder nicht anwendbar sind.

2.2 Arbeitsvorschriften und analytische Daten

2.2.1 Darstellung und Reinigung der Ausgangsverbindungen

2.2.1.1 Dimethylzinndichlorid

Die zu Anfang gewählte Darstellungsmethode ist in einer früheren Arbeit [15] beschrieben. Technisches Dimethylzinndichlorid[*1] ist durch Umkristallisieren aus Cyclohexan gereinigt worden.

Fp 107° C (Lit [A2] : 107 - 108° C)

2.2.1.2 Methylzinntribromid

Von den verschiedenen in der Literatur beschriebenen Herstellungsweisen sind zwei angewendet worden:

I) Aus Alkalimetallstannit und Alkylhalogenid über Methylstannonsäure [96, 120].

$$\underset{\text{I}}{SnCl_2} + 3KOH \longrightarrow \underset{\text{II}}{KSn(OH)_3} + 2KCl$$

$$\underset{\text{II}}{} + CH_3J \longrightarrow \underset{\text{III}}{CH_3Sn(O)OK} + H_2O$$

$$\underset{\text{III}}{} + H_2O + CO_2 \longrightarrow \underset{\text{IV}}{CH_3Sn(O)OCO_2K} \qquad 2.6$$

[*1] Ciba - Geigy Marienberg GmbH

$$IV + H_2O \xrightarrow{\Delta} \underset{V}{CH_3Sn(O)OH} + KHCO_3$$

$$V + 3HBr \longrightarrow \underset{VI}{CH_3SnBr_3} + 2H_2O$$

Zu einer Lösung von 42g $SnCl_2 \times 2\ H_2O$ (0.186 Mol) in 100ml H_2O werden bei 0° C unter Rühren im Becherglas 100g KOH (0.56 Mol) in 400ml H_2O zugetropft. Der sich zunächst bildende weiße Niederschlag löst sich wieder. Der gegen Ende entstehende schwarze Niederschlag von SnO wird abgetrennt. Zu der filtrierten Lösung werden 30g CH_3J (0.21 Mol) in 250ml Ethanol (als Lösungsvermittler) zugegeben. Nach 3 Tagen Rühren bei 20° C wird mehrere Stunden CO_2-Gas durch die Lösung geblasen. Schwach alkalische Reaktion (pH~8) zeigt Sättigung an. Der weiße kristalline Niederschlag von $CH_3SnOOCO_2K$ wird abfiltriert und durch Kochen mit H_2O zersetzt. Die ausgefallene Methylstannonsäure wird mit heißem H_2O gewaschen und abfiltriert. Es werden 25g CH_3SnOOH (0.15 Mol) isoliert. Ausbeute 80% d.Th. (bezogen auf $SnCl_2 \times 2H_2O$). 20g rohe Methylstannonsäure (0.12 Mol) werden mit 50ml rauchender Bromwasserstoffsäure (47% Dichte~1.5)(~0.4 Mol) versetzt und im Becherglas bis zur Lösung der Methylstannonsäure erwärmt. Methylzinntribromid scheidet sich als ölige Schicht ab, die beim Erkalten erstarrt. Die wäßrige Phase wird mit Petrolether (50/70) ausgeschüttelt, getrocknet und eingeengt. Umkristallisation des Rohproduktes aus Petrolether (50/70)

ergibt 28g CH_3SnBr_3

Ausbeute: 28g $\triangleq$ 0.075 Mol

62% d.Th. bezogen auf $CH_3Sn(O)OH$

40% d.Th. bezogen auf $SnCl_2 \times 2H_2O$

Fp: 53° (Lit [A2] : 55°C)

II) Aus Dimethylzinndibromid und Brom [1] *2

$$(CH_3)_2SnBr_2 + Br_2 \longrightarrow CH_3SnBr_3 + CH_3Br \qquad 2.7$$

Das erforderliche Dimethylzinndibromid läßt sich aus Dimethylzinndichlorid mit Dimethylzinnoxid als Zwischenprodukt erhalten [A2]

$$(CH_3)_2SnCl_2 + 2KOH \longrightarrow (CH_3)_2SnO + 2KCl + H_2O$$
$$(CH_3)_2SnO + 2HBr \longrightarrow (CH_3)_2SnBr_2 + H_2O \qquad 2.8$$

Im Zweihalskolben mit Magnetrührer, Rückflußkühler und Tropftrichter werden 14.5g Dimethylzinndibromid (0.047 Mol) in 100ml Tetrachlorkohlenstoff gelöst. Zu der siedenden Lösung wird unter Rühren und Bestrahlen mit einer 500W Photolampe (Argaphoto BM-Philips Typ PF 318E43) 2.4ml Brom (Br_2)(0.047 Mol) zugetropft. Die Bromzugabe erfolgt in so kleinen Mengen, daß kein Brom durch den Kühler entweicht. Die siedende Lösung wird noch 6h bestrahlt. Nach dem Abdestillieren des Lösungsmittels wird das Rohprodukt aus Petrolether (50/70) umkristal-

*2 ohne Arbeitsvorschrift

lisiert.

Fp: 53° (Lit:[A2] 55° C)

Ausbeute: 14.8g ≙ 0.04 Mol ≙ 84% d. Th.

(bezogen auf $(CH_3)_2SnBr_2$)

Zur Überprüfung der Reinheit dienten Kernresonanzspektren.

2.2.1.3 Natriumhydrogenchalkogenid

Natriumhydrogenselenid und Natriumhydrogentellurid lassen sich nach der Vorschrift von KLAYMAN und GRIFFIN[86] durch Reduktion von elementarem Selen oder Tellur mit Natriumboranat in Wasser oder Ethanol darstellen.

$$4\,NaBH_4 + 2\,Se(Te) + 7\,H_2O \longrightarrow 2\,NaHSe(NaHTe) + Na_2B_4O_7 + 14\,H_2 \qquad 2.9$$

Alle Reaktionen werden unter Stickstoff oder Argon und mit N_2 - gesättigten Lösungsmitteln in einem Dreihalskolben mit Rückflußkühler, Tropftrichter und Magnetrührer durchgeführt. Zu 2.3g Selen (0.029 Mol) oder entsprechend 3.7g Tellur (0.029 Mol), suspendiert in 25ml Wasser, gibt man eine Lösung von 2.3g (0.061 Mol) Natriumboranat in 25 ml Wasser bei 20° C, wobei für Selen unter heftiger Reaktion und Wasserstoffentwicklung eine farblose wäßrige Lösung von NaHSe entsteht. Bei Tellur als Reaktand wird leicht erwärmt, um die Reaktion zu starten, die in einer roten wäßrigen Lösung von NaHTe resultiert. Die Produkte werden ohne Abtrennung, wie in 2.3.2

2.3.3 und 2.5.2 beschrieben, unmittelbar mit Methylzinnhalogenid versetzt.

2.3 Hexamethyltrichalkogenatristanninane

2.2.4.4.6.6-Hexamethyl-1.3.5-trichalkogena-2.4.6-tristanninane lassen sich mit der Summenformel $[(CH_3)_2SnX]_3$ beschreiben, wobei X = S, Se, Te ist. Im Unterschied zu dem entsprechenden Oxid, das als polymeres Netzwerk beschrieben werden kann [8], liegt bei allen drei Verbindungen die Assoziationsstufe 3 vor [16,68,139]. Diese Trimeren sind kristalline, scharfschmelzende Festkörper, die in organischen Lösungsmitteln gut löslich sind. Die Schwefel- und Selen - Verbindung erweisen sich als hydrolysebeständig.

2.3.1 Hexamethyltrithiatristanninan

Die Darstellung des Hexamethyltrithiatristanninans (X = S) aus Dimethylzinndichlorid und Natriumsulfid in wäßriger Lösung ist bereits in einer vorhergehenden Arbeit beschrieben [15]

$$3(CH_3)_2SnCl_2 + 3Na_2S \xrightarrow{H_2O} [(CH_3)_2SnS]_3 + 6NaCl \qquad 2.10$$

2.3.2 Hexamethyltriselenatristanninan

Die in einer früheren Arbeit[15] beschriebene Darstellung des Hexamethyltriselenatristanninans aus Selenwasserstoff und Dimethylzinndichlorid wurde durch die Verwendung von Natriumhydrogenselenid als Selenierungsmittel verbessert.

$$3NaHSe + 3(CH_3)_2SnCl_2 \xrightarrow{H_2O} [(CH_3)_2SnSe]_3 + 3HCl + 3NaCl \qquad 2.11$$

Um eine Zersetzung des Natriumhydrogenselenids zu verhindern, wird die Reaktion unter Stickstoff als Schutzgas und mit N_2 - gesättigten Lösungsmitteln in der gleichen Apparatur durchgeführt. Zur farblosen Lösung von Natriumhydrogenselenid (2.2.1.3) werden 6.3g (0.029 Mol) Dimethylzinndichlorid (gelöst in 25 ml Wasser) unter Rühren bei 0° C (Eis/Wasser) zugetropft. Es entsteht ein leicht rosa gefärbter Niederschlag. Das Reaktionsgemisch wird 30 min auf 60 - 70° erwärmt, abgetrennt, der Niederschlag über P_2O_5 im Exsikkator getrocknet und aus Petrolether (50/70) umkristallisiert.
Ausbeute: 4.9g (74.2% d.Th. bezogen auf $(CH_3)_2SnCl_2$)
Fp: 120°C (Lit: A2 119°)

Elementaranalyse
Kohlenstoff und Wasserstoff: Mikroanalyse *3

*3 durchgeführt im Mikroanalytischen Labor des Instituts für Organische Chemie der Universität Mainz

Zinnbestimmung gravimetrisch als SnO_2 [C4]

Selenbestimmung gravimetrisch als Se [E1]

	Sn	Se	C	H	
Ber.:	52.05	34.65	10.53	2.63	% für $[(CH_3)_2SnSe]_n$
Gef.:	52.02	34.49	10.65	2.51	%

Molekulargewichtsbestimmung:

Dampfdruckosmometrie in Benzol bei 45 und 60° C

Molmasse berechnet : 684 g/Mol für $[(CH_3)_2SnSe]_3$

Molmasse experimentell: 665 g/Mol

Dichtebestimmung:

Schwebemethode in 1.2-Dibromethan/Bromoform

2.61(2) (g/cm^3) (Substanz im Lösungsmittelgemisch löslich!)

2.3.3 Hexamethyltritelluratristanninan

Die Darstellung des Hexamethyltritelluratristanninans bereitet wegen der Sauerstoffempfindlichkeit und Labilität der Verbindung Schwierigkeiten. Dies zeigt sich einerseits an der geringen Zahl der bisher bekannten Organozinntellurverbindungen (vgl. Abschnitt 1.2 Tabelle 1.6) und zum anderen in einigen erfolglosen Versuchen solche Verbindungen herzustellen[131,141,152]. Die Umsetzung von Natriumtellurid (aus Na + Te in $NH_{3(fl)}$) mit Dimethylzinndichlorid in Benzol oder

Toluol liefert keine reproduzierbaren Ergebnisse. Erfolgreicher ist die Reduktion von Tellur mit Dimethylzinndihydrid in Diethylether bei 20° C [16]. Das ebenfalls entstehende Nebenprodukt Hexamethylditelluratristannolan läßt sich auf Grund seiner schlechteren Löslichkeit in Petrolether abtrennen. Die mehrtägige Reaktionszeit erscheint wegen der Zersetzlichkeit der Verbindung sehr nachteilig. Durch Verwendung von Natriumhydrogentellurid als Tellurierungsmittel gelingt es, das Produkt in kürzerer Zeit, selektiver und mit größerer Ausbeute darzustellen [17].

Die Reaktionen werden unter Schutzgas (Stickstoff oder Argon) und mit N_2 gesättigten Lösungsmitteln durchgeführt.

I) Reduktion von Te mit $(CH_3)_2SnH_2$

$$4(CH_3)_2SnCl_2 + 2LiAlH_4 \xrightarrow{\text{Ether}}$$

$$4(CH_3)_2SnH_2 + 2LiCl + 2AlCl_3 \qquad 2.12$$

$$3(CH_3)_2SnH_2 + 6Te \xrightarrow[-3H_2Te]{} [(CH_3)_2SnTe]_3$$

Die Darstellung von Dimethylzinndihydrid aus Dimethylzinndichlorid und Lithiumaluminiumhydrid erfolgt nach einer Vorschrift von FINHOLD [55]. In einem Zweihalskolben mit Destillationsaufsatz, Tropftrichter und Magnetrührer tropft man bei 20°C im Verlauf 1h zu 6.6g $(CH_3)_2SnCl_2$ (0.03 Mol) 0.8g $LiAlH_4$ (0.021 Mol) suspendiert in 50 ml trockenem Diethylether. Das bei der Reduktion entstehende Dimethylzinndihydrid wird mit

einem N_2-Strom in eine Kühlfalle (Aceton/Trockeneis) auf 3.9g Tellur (0.03 Mol) kondensiert. Gegen Ende der Reduktion wird auf 50 - 60° C erwärmt, um alle flüchtigen Bestandteile in die Kühlfalle zu destillieren. Nach zwei- bis dreitägigem Rühren unter Stickstoff bei 20° C wird restliches Tellur abfiltriert und das Lösungsmittel im Vakuum abgezogen. Die Umkristallisation mit Petrolether (50/70) ergibt 4,8g gelbe Nadeln.

Ausbeute: 4.8g (58% d. Th. bezogen auf $(CH_3)_2SnCl_2$)

Fp: 78° C

II) Aus Dimethylzinndichlorid mit Natriumhydrogentellurid

$$3NaHTe + 3(CH_3)_2SnCl_2 \xrightarrow{H_2O} [(CH_3)_2SnTe]_3 + 3HCl + 3NaCl \qquad 2.13$$

Zur gekühlten (Eis/Wasser) wäßrigen Lösung von Natriumhydrogentellurid (2.2.1.3) werden im Dreihalskolben mit Rückflußkühler, Tropftrichter und Magnetrührer 6.3g Dimethylzinndichlorid (0.029 Mol) (gelöst in 25ml H_2O) unter Rühren bei 0° C (Eis/Wasser) zugetropft. Dabei entsteht ein grün-gelber Niederschlag, der nach 1 h Rühren bei 20° C abgetrennt, getrocknet und im Soxhlet-Apparat mit Petrolether (50/70) extrahiert wird. Aus der Lösung scheiden sich 5 g gelbe Kristalle ab, durch Einengen der Mutterlauge können weitere 1.5g gewonnen werden.

Ausbeute: 6.5g (81% d. Th. bezogen auf $(CH_3)_2SnCl_2$)

Die Substanz ist empfindlich gegen Sauerstoff und wird beim Stehenlassen an der Luft bei Raumtemperatur schwarz. Die Zersetzung findet nur an der Oberfläche statt, so daß das Produkt durch Umkristallisation wieder rein erhalten werden kann. Im Gefrierschrank (-25°C) ist die Verbindung unter Luftausschluß mehrere Wochen unverändert haltbar.

Elementaranalyse

Kohlenstoff und Wasserstoff: Mikroanalyse *4

Zinnbestimmung gravimetrisch als SnO_2 C4

Tellurbestimmung gravimetrisch als Te E1

	Sn	Te	C	H	
Ber.:	42.89	46.14	8.67	2.17	% für $[(CH_3)_2SnTe]_n$
Gef.:	43.67	46.67	9.03	2.23	%

Molekulargewichtsbestimmung:

Dampfdruckosmometrie in Benzol bei 45° C

Molmasse berechnet : 830g/Mol für $[(CH_3)_2SnTe]_3$

Molmasse experimentell: 850g/Mol

Dichtebestimmung:

Schwebemethode in Bromoform/Dijodmethan

2.92(5) (g/cm^3) (Substanz im Lösungsmittelgemisch löslich)

*4 durchgeführt im Mikroanalytischen Labor des Instituts für Organische Chemie der Universität Mainz

2.4 Hexamethyltrichalkogenatristanninane mit unterschiedlichen Chalkogenatomen

Zinncyclen mit unterschiedlichen Heteroatomen (Elementsymbol) im Ring werden von Weinberg[174,175] in zwei Patentschriften (O,O,S und O,S,S) sowie von DAVIES und Mitarbeitern[37] (N,N,S und N,S,S) beschrieben.

Die Organozinnoxidsulfide sollen durch Einleiten von einem Unterschuß an Schwefelwasserstoff in eine Suspension von Organozinnoxid in Toluol erhalten worden sein

Dieses Ergebnis konnte im Rahmen der vorliegenden Arbeit nicht verifiziert werden.

Kernresonanzspektren dienten als Beweis für die Existenz der Thiaazatristanninane in einer Mischung von Hexamethyltrithiatristanninan und Tri-N-ethyl-hexamethyltriazatristanninan in Benzol. Eine Trennung der Gemische ist nicht erwähnt[37].

In einer früheren Arbeit[15] wurden Organozinncyclen mit Schwefel und Selen im gleichen Molekül beobachtet. Die Untersuchungen sind nun auch auf Schwefel/Tellur- und Selen/Tellur haltige Zinnringe ausgedehnt worden. Die folgende allgemeingültige Arbeitsvorschrift für die Hexamethyltrichalkogenatristanninane

$$[(CH_3)_2Sn]_3X_{3-m}X'_m \quad (m=1od.2;\ X=S,Se;\ X'=Se,Te) \qquad 2.14$$

beschreibt nicht die Trennung der Gemische, da bisher keine anwendbare Methode ausgearbeitet werden konnte.

$$[(CH_3)_2SnX]_3 + [(CH_3)_2SnX']_3 \rightleftharpoons [(CH_3)_2Sn]_3X_2X' + [(CH_3)_2Sn]_3XX'_2 \qquad 2.15$$

0.001 Mol Hexamethyltrithiatristanninan (Hexamethyltriselenatristanninan) sowie 0.001 Mol Hexamethyltriselenatristanninan (Hexamethyltritelluratristanninan) werden in je 2ml Benzol gelöst, die beiden Lösungen vereinigt bei 20° C und 3 - 5 Stunden gerührt. Bei den Gemischen mit Tellur ist Luftausschluß und die Verwendung von N_2-gesättigtem Lösungsmittel ratsam. Eine Änderung der Stöchiometrie zu Gunsten eines der beiden Reaktanden resultiert in einer Anreicherung eines der beiden Produkte.

Das Vorliegen der Austauschprodukte konnte wie folgt an Hand von ^1H-, ^{13}C- und ^{119}Sn-Kernresonanzspektren (vgl. auch Abs. 3.2) erkannt und durch Infrarot- und Massenspektren sichergestellt werden. Mit fortschreitender Zeit entstehen in den 90 MHz ^1H-NMR-Spektren, einer Mischung aus $[(CH_3)_2SnS]_3$ und $[(CH_3)_2SnTe]_3$ (in C_6D_6), auf Kosten der beiden Signale der Edukte zwei neue Peakpaare. Nach Einstellung eines Gleichgewichtes sind die in Abb. 2.4.1 (^1H-NMR) und Abb. 2.4.2 (^{119}Sn-NMR) enstandenen Peakmuster erkennbar, die neben den beiden Ausgangsverbindungen noch zwei Produkte mit unterschiedlichen Chalkogenatomen erwarten lassen (vgl. Gl. 2.15). Die Singuletts der beiden Edukte haben zwar an Intensität abgenommen, sind aber nicht verschwunden (Typ C Abb. 2.4.2).

Abb. 2.4.1 90 MHz PMR $[(CH_3)_2SnS]_3$ / $[(CH_3)_2SnTe]_3$

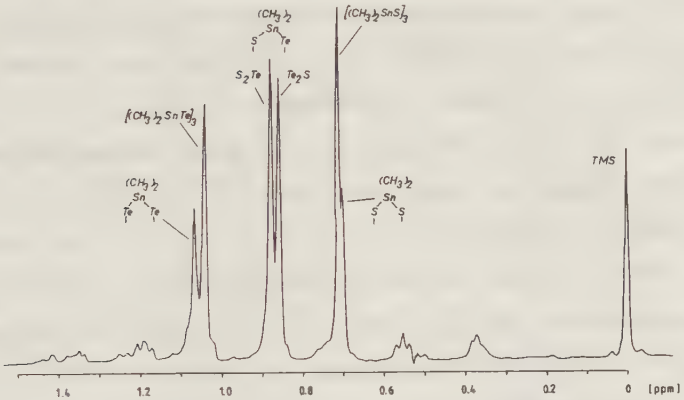
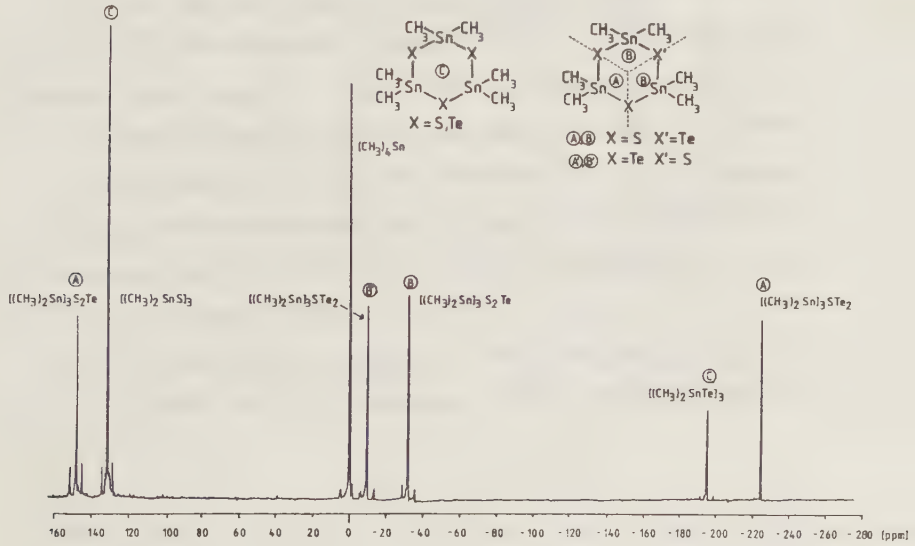


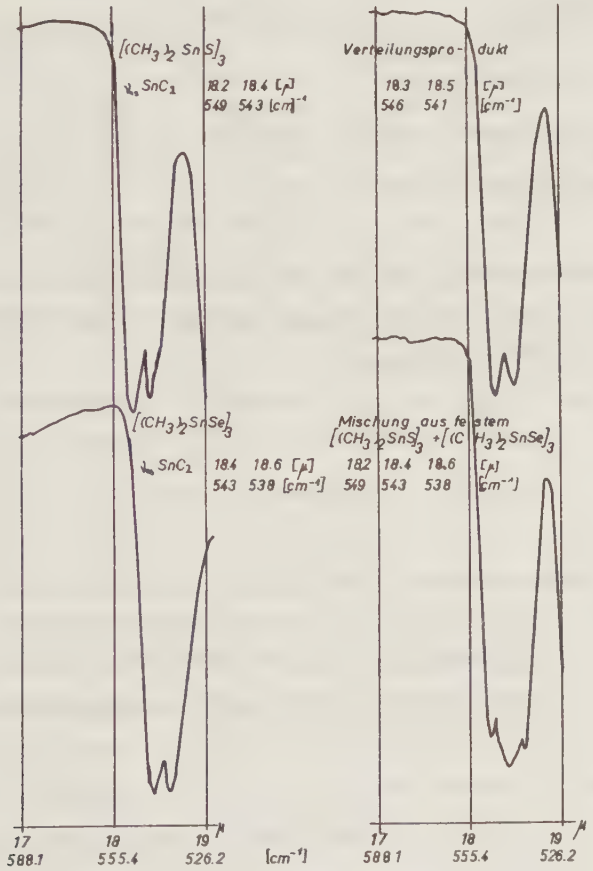
Abb. 2.4.2 ^{119}Sn-NMR $[(CH_3)_2SnS]_3$ / $[(CH_3)_2SnTe]_3$



Die restlichen beiden Signalpaare (Typ A, B und Typ A', B' in Abb. 2.4.2) lassen für die beiden Produkte eine cyclische Struktur erwarten. Die beiden Cyclen mit unterschiedlichen Chalkogenatomen bestehen aus je drei Dimethylzinneinheiten. Eine davon ist mit zwei gleichen Chalkogenatomen verknüpft. Das hieraus resultierende Signal wird jeweils in der Nähe der Singuletts der Edukte zu suchen sein (vgl. Abb. 2.4.2 Typ A bzw. A'). Zwei Dimethylzinneinheiten haben unterschiedliche Chalkogenpartner, diese geben Anlaß für die beiden mittelständigen Signale (Typ B bzw. B' in Abb. 2.4.2). Der Einsatz unterschiedlicher Eduktkonzentrationen führt zu Intensitätsunterschieden, die die weitere Identifizierung unterstützen, wobei das Intensitätsverhältnis A:A' bzw. B:B' von 1:2 stets erhalten bleibt.

Aus der unterschiedlichen Lage der Sn-C Valenzschwingung im Infrarotspektrum (KBr-Preßlinge) für Edukte und Austauschprodukte (vgl.Abb. 2.4.3) kann geschlossen werden, daß auch im festen Zustand die Verteilungsprodukte erhalten bleiben. Für eine pulverisierte Mischung der Ausgangsverbindungen ändert sich die Lage der Sn-C-Valenzschwingung gegenüber den Einzelspektren nicht. Es ist lediglich eine Überlagerung der beiden Banden bei 543 cm^{-1} zu beobachten. Die Sn-C-Valenzschwingung der Verteilungsprodukte ist im Vergleich zum Spektrum der Edukte leicht verschoben (vgl. Abb. 2.4.3).

Abb. 2.4.3 IR-SPEKTRUM, ASYM. SnC_2 VALENZSCHWING.



Im Massenspektrum der Austauschprodukte konnten Bruchstückionen identifiziert werden, die unterschiedliche Chalkogenatome enthalten (vgl. auch Abs. 3.1).

Fragmention	$^{m}/_{e}$	% rel. Int.
$(CH_3)_5Sn_3S_1Se_2$	621	28
$(CH_3)_5Sn_3S_2Se$	575	40
$(CH_3)_3Sn_2SSe$	393	100

Kinetische Untersuchungen der Austauschreaktion zwischen $[(CH_3)_2SnS]_3$ und $[(CH_3)_2SnSe]_3$ wurden in einer früheren Arbeit [15] beschrieben.

2.5 Tetramethylhexachalkogenatetrastannaadamantane

Wie die Literaturübersicht (Abschnitt 1.2, Tabelle 1.7) zeigt, sind diese Verbindungen wenig untersucht. Dies läßt sich mit ihrer schlechten Löslichkeit in gebräuchlichen organischen Lösungsmitteln erklären. Bei der Darstellung fallen sie als Pulver an und zersetzen sich beim Erwärmen ohne zu schmelzen.

2.5.1 Tetramethylhexathiatetrastannaadamantan

Die Darstellung erfolgt, wie in der Literatur [39,43,56] beschrieben, aus Methylzinntribromid und Natriumsulfid.

$$4\,CH_3SnBr_3 + 6\,Na_2S \longrightarrow (CH_3Sn)_4S_6 + 12\,NaBr \qquad 2.16$$

Zu einer wäßrigen Lösung von 7.5g CH_3SnBr_3 (0.02 Mol) im Dreihalskolben mit Rückflußkühler, Tropftrichter und Magnetrührer werden unter Rühren bei 20° C 7.2g $Na_2S \times 9H_2O$ (0.03 Mol) in wäßriger Lösung zugetropft und 2 h weitergerührt. Das entstandene weiße Pulver wird abgesaugt, über P_2O_5 getrocknet und in einer Apparatur nach Soxhlet mit Benzol mehrere Tage extrahiert. Es können 2.57g durchsichtig farblose kleine Kristalle isoliert werden.

Ausbeute: 2.57g (70.7% d.Th. bezogen auf CH_3SnBr_3)

Fp: 215° C Zersetzung

Die Substanz ist löslich in Dimethylsulfoxid (DMSO), wobei eine Erhöhung der Koordinationszahl am Zinn angenommen wird [56], wiederausfällbar mit H_2O oder Ethanol; durch Diffundieren von Ethanol in die DMSO-Lösung werden größere Kristalle erhalten.

Elementaranalyse $(CH_3Sn)_4S_6$

Kohlenstoff, Wasserstoff und Schwefel-Bestimmung: Mikroanalyse [*5]

Zinnbestimmung gravimetrisch als SnO_2 [C4]

[*5] durchgeführt im Mikroanalytischen Labor des Instituts für Organische Chemie der Universität Mainz

	H	C	S	Sn	
ber.:	1.66	6.61	26.45	65.27	% für $(CH_3SnS_{1.5})_n$
gef.:	1.72	6.69	27.50	65.99	%

2.5.2 Tetramethylhexaselenatetrastannaadamantan

Durch Reaktion von Methylstannonsäure mit Selenwasserstoff erhielten TCHAKIRIAN und BEVILLARD [161] ein gelbes Pulver, das die Autoren auf Grund der Elementaranalyse als Bis(methylzinn)triselenid beschrieben.

Hier erfolgt die Darstellung aus Methylzinntribromid und Natriumhydrogenselenid unter Schutzgas (Stickstoff) und mit N_2-gesättigten Lösungsmitteln im Dreihalskolben mit Rückflußkühler, Tropftrichter und Magnetrührer.

$$4CH_3SnBr_3 + 6NaHSe \longrightarrow (CH_3Sn)_4Se_6 + 6NaBr + 6HBr \qquad 2.17$$

Zur wäßrigen Lösung von Natriumhydrogenselenid (siehe Abschnitt 2.2.1.3) werden 7.5g Methylzinntribromid (0.02 Mol) in 25 ml Wasser gelöst, unter Rühren bei 0° C (Eis/Wasser) zugetropft. Es entsteht ein orange-gelber Niederschlag, der nach weiterem Rühren bei 20° C (1h) abgetrennt und über P_2O_5 getrocknet wird. Das orange-gelbe Pulver wird in einer Apos-

ratur nach Soxhlet 10 Tage mit Benzol extrahiert, dabei bilden sich sehr kleine gelbe Kristalle aus.

Ausbeute: 2.3g (45.5% d.Th. bezogen auf CH_3SnBr_3)

Fp: 225° C Zersetzung

Elementaranalyse

Kohlenstoff und Wasserstoff: Mikroanalyse *6

Zinnbestimmung gravimetrisch als SnO_2 C 4

Selenbestimmung gravimetrisch als Se E1

	Sn	Se	C	H	
ber.:	47.01	46.91	4.76	1.20	% für $(CH_3SnSe_{1.5})_n$
gef.:	47.33	46.71	4.73	1.23	%

Dichtebestimmung:

Schwebemethode in Clericis-Lösung (Thallium(I)-formiat und -malonat)

3.65(20) (g/cm^3) Kristalle zersetzen sich

*6 durchgeführt im Mikroanalytischen Labor des Instituts für Organische Chemie der Universität Mainz

3. Untersuchungen in der Gasphase und in Lösung

3.1. Massenspektrometrie

Die wenigen bisher in der Literatur veröffentlichten Massenspektren von Methylzinnchalkogeniden sind in den Übersichtstabellen Abschnitt 1.2 unter Spektren mit MS gekennzeichnet. In der vorliegenden Arbeit dienten Massenspektren hauptsächlich als analytische Charakterisierungshilfe, dabei beobachtete Gemeinsamkeiten oder Besonderheiten sollen im folgenden kurz skizziert werden. Die charakteristische Häufigkeitsverteilung der natürlichen Isotope für die Elemente Zinn, Schwefel, Selen und Tellur erlaubt weitgehend eine Zuordnung der Bruchstückionen.

3.1.1 Hexamethyltrichalkogenatristanninane

Die Fragmentionen und deren mögliche Summenformeln in den Massenspektren der drei Hexamethyltrichalkogenatristanninane sind der Tabelle 3.1.1 zu entnehmen. Hierbei sind nur die m/e - Werte des jeweils intensivsten Peaks im Isotopenmuster angegeben. Die gemessene Intensitätsverteilung innerhalb eines jeden Bruchstücks (Tab. 3.1.1) steht im Einklang mit der berechneten Wahrscheinlichkeitsverteilung. Die Berechnung berücksichtigte die natürliche Isotopenhäufigkeit und die angenommene Bruttoformel[108].

Auch bei der, im Gegensatz zu einer früheren Arbeit[15,100], höheren Ionisierungsenergie (70 ev) bleibt das Fragmentierungsschema für X = S und Se weitgehend erhalten und

Tabelle 3.1.1 Hexamethyltrichalkogenatristanninane

Bruchstückionen und mögliche Summenformeln der Massenspektren

$[(CH_3)_2SnX]_3$

(% = relative Intensitäten > 4% zum Basispeak $(CH_3)_3Sn_2X_2$

mit X = S, Se, Te)

			X = S		X = Se		X = Te		
$(CH_3)_k$	Sn_l	X_m	m/e	%	m/e	%	m/e	%	
6	3	3	542	4	684	4	830	5	Molekülpeak M
5	3	3	527	67	669	28	815	8	M - CH_3
3	3	3	497	44	639	4	785	5	M - $3CH_3$
1	3	3	470	11	609		755		M - $5CH_3$
4	2	2	362	64	456	66	554	83	2/3 M
3	2	2	347	100	441	100	539	100	2/3 M - CH_3
2	2	2	332		426	9	524	12	2/3 M - $2CH_3$
1	2	2	317	66	411	49	509	42	2/3 M - $3CH_3$
0	2	2	302	57	396	44	494	41	2/3 M - $4CH_3$
6	2	1	360		406		456	13	
5	2	1	345		391	17	441	24	
3	2	1	315		361	10	411	8	
2	2	1	300		346	6	396	5	
1	2	1	285		331	11	381	10	
0	2	1	270		316	17	366	21	
3	1	2	229	22	323		421		
1	1	2	199		293		391	9	
0	1	2	184		278		376	11	
3	1	1	197	52	243	40	293	12	1/3 M + CH_3
2	1	1	182	16	228	42	278		1/3 M
1	1	1	167	11	213	27	263	8	1/3 M - CH_3
0	1	1	152	9	198	30	248	13	1/3 M - $2CH_3$
3	1		165	68	165	74	165	43	
2	1		150	14	150	11	150	5	
1	1		135	31	135	50	135	21	
0	1		120	24	120	35	120	17	

kann auch auf das Tellurheteroanaloge übertragen werden. Es gab keine Hinweise auf Ionen, deren m/e-Verhältnis größer als das des Molekülpeaks war. Die Häufigkeit der Molekülionen ist, wie bei Organozinnverbindungen nicht unüblich [60,70,C1], relativ gering. Dies läßt sich mit der Stabilität des abgespaltenen Methylradikals [24,C1] und der Instabilität positiv geladener vierfach substituierter Organozinnkationen [19] erklären. Eine große Häufigkeit eines Fragmentions ist also dann zu erwarten, wenn die Ladung auf möglichst viele dreifach koordinierte Zinnatome verteilt werden kann. Fragmente mit einer ungeraden Anzahl von Methylgruppen erscheinen mit höherer Wahrscheinlichkeit als entsprechende Bruchstücke mit gerader Methylgruppenanzahl [19,60].

Unterschiede in der Fragmentierung der drei Hexamethyltrichalkogenatristanninane hängen qualtitativ mit der Abnahme des Ionisierungspotentials der Sn-X-Bindung bei zunehmender Ordnungszahl und gleichzeitiger Zunahme der Sn-C Dissoziationsenergie zusammen [C1]. So kann von X = S zu X = Te eine Zunahme des Verhältnisses M/(M - CH_3) festgestellt werden, während die relative Intensität des M - CH_3 Fragments abnimmt. Das Auftreten der Bruchstückionen $[(CH_3)_6Sn_2X]^+$, $[(CH_3)_5Sn_2X]^+$ und $[(CH_3)_3SnX]^+$ läßt sich als Methylgruppenumlagerung deuten, die unter anderem durch das Auftreten von $(CH_3Se)^+$, $(CH_3S_2)^+$ [100] und $[(CH_3)_3Sn]^+$ dokumentiert wird und auch von HARRISON [70] beschrieben wurde. Das Sechsringgerüst wird für X = S bereitwillig in dimere und monomere $[(CH_3)_2SnX]$-Formeleinheiten gespalten, während für die entsprechenden Selen und Tellurheterocyclen

zusätzlich ein gewisser Anteil Fragmente, die ein X- und zwei Sn- Atome enthalten, gefunden werden.

3.1.2 Tetramethylhexachalkogenatetrastannaadamantane

In Tabelle 3.1.2 sind die Fragmentionen und mögliche Summenformeln der Massenspektren von $(CH_3Sn)_4X_6$ mit X = S, Se zusammengefaßt. Es werden nur die m/e - Werte des jeweils intensivsten Peaks im Isotopenmuster angegeben. Die gemessene (Tab. 3.1.2) und die auf Grund der Stöchiometrie und der natürlichen Häufigkeitsverteilung berechneten Intensitätsmuster[108] stimmen gut überein.

Bisher wurden noch keine Massenspektren der Verbindungen $(RSn)_4X_6$ veröffentlicht. Wie aus Abschnitt 2.5 ersichtlich, schmelzen die beiden Tetramethylhexachalkogenatetrastannaadamantane unter Zersetzung. Die Überführung der Substanzen in den gasförmigen Zustand erwies sich, auch bei der relativ hohen Temperatur des Verdampfungsraumes von 200 - 235° C, als schwierig, so daß die Gesamtintensität der Massenspektren häufig sehr gering war. Bei der Auswertung führt dies zu großen Unsicherheiten in den relativen Intensitäten, die einen quantitativen Vergleich der Fragmentierungen fraglich erscheinen lassen. Qualitativ werden die bei den Hexamethyltrichalkogenatristanninanen erwähnten Beobachtungen bestätigt. Die Zuord-

Tabelle 3.1.2

Tetramethylhexachalkogenatetrastannaadamantane $(CH_3Sn)_4X_6$

Bruchstückionen und mögliche Summenformeln der Massenspektren

ab m/e = 110

(% = relative Intensitäten > 4% zum Basispeak ($(CH_3)_3Sn$ für X = S und CH_3SnSe für X = Se)

			X = S		X = Se		
$(CH_3)_k$	Sn_l	X_m	m/e	%	m/e	%	
4	4	6	728	8	1010	13	M
3	4	6	713	29	995	16	M – CH_3
3	3	5	561	17	797	12	
3	3	4	529	29	719	30	
1	3	4	499	9	689	10	
1	3	3	467	14	609	9	
3	2	4	411		599	13	
4	2	3	394		536	8	M/2 + $2CH_3$
3	2	3	379		521	13	M/2 + CH_3
1	2	3	349		491	14	M/2 – CH_3
0	2	3	334		476	5	M/2 – $2CH_3$
3	2	2	347	26	441	27	
1	2	2	317	28	411	38	
0	2	2	302	22	396	28	
1	2	1	285	7	331		
0	2	1	270	14	316		
4	1	2	244		338	21	
3	1	2	229	11	323	72	
2	1	2	214		308	6	
1	1	2	199	11	293	53	
0	1	2	184	12	278	41	
4	1	1	212	13	258		
3	1	1	197	48	243	54	
2	1	1	182	7	228	5	
1	1	1	167	28	213	100	
0	1	1	152	7	198	30	
3	1	0	165	79	165	19	Basispeak für X=S
2	1	0	150	10	150		
1	1	0	135	46	135	54	
0	1	0	120	17	120	22	
2	0	2	94		190	31	
1	0	2	79		175	63	
0	0	2	64		160	21	
2	0	1	62		110	56	

nung der Bruchstücke des Tetramethylhexathiatetrastannaadamantans wird durch das ähnliche m/e-Verhältnis von S = 32 m/e und $(CH_3)_2$ = 30 m/e erschwert.

3.1.3 Experimentelles

$[(CH_3)_2SnX]_3$

X = S, Se, Te — Gerät MAT CH4 (MAT Atlas, Bremen) Elektronenenergie 70 eV, Temperatur des Verdampfungsraumes 25°C

$(CH_3Sn)_4X_6$

X = S — Gerät MAT CH4 (MAT Atlas, Bremen) Elektronenenergie 70 eV, Temperatur des Verdampfungsraumes 235°C

X = Se — Gerät MAT CH4 (MAT Atlas, Bremen) Elektronenenergie 70 eV, Temperatur des Verdampfungsraumes 190°C

*7 Gerät MAT CH7 (MAT Varian, Bremen) Elektronenenergie 70 eV, Temperatur des Verdampfungsraumes 200°C

*7 Institut für Organische Chemie, Universität Mainz, IV. Ordinariat Prof. Fahr

3.2 Kernmagnetische Resonanz

Die drei heteroanalogen Hexamethyltrichalkogenatristanninane eröffnen ein weites Feld für NMR-Untersuchungen, das für die beiden Tetramethylhexachalkogenatetrastannaadamantane durch die geringe Löslichkeit in gebräuchlichen Lösungsmitteln (vgl. Abschnitt 2.5) drastisch eingeschränkt wird. Die Moleküle bestehen fast ausschließlich aus Atomen, deren natürliches Isotopenmuster "NMR aktive" Isotope enthält. Neben ^{1}H (99.98% natürliche Häufigkeit, Kernspinquantenzahl $I=^{1}/_{2}$, relative Empfindlichkeit bei konstantem Magnetfeld = 1) sind ^{13}C (1.11%, $I=^{1}/_{2}$, rel. Empf. $1.59\cdot10^{-2}$), ^{77}Se (7.6%, $I=^{1}/_{2}$, rel. Empf. $6.97\cdot10^{-3}$), ^{117}Sn (7.67%, $I=^{1}/_{2}$, rel. Empf. $4.53\cdot10^{-2}$), ^{119}Sn (8.68%, $I=^{1}/_{2}$, rel. Empf. $5.18\cdot10^{-2}$) und ^{125}Te (7.0%, $I=^{1}/_{2}$, rel. Empf. $3.16\cdot10^{-2}$) für NMR-Messungen geeignet [H1]. Lediglich ^{33}S (0.74%, $I=^{3}/_{2}$, rel. Empf. $2.25\cdot10^{-3}$) besitzt die ungünstige Kernspinquantenzahl $I=^{3}/_{2}$ und wurde bei den vorliegenden Untersuchungen nicht berücksichtigt. Die relativen Empfindlichkeiten von C, Se, Sn und Te betragen nur etwa 10^{-2} im Vergleich zu ^{1}H und sind so für die herkömmliche Aufnahmetechnik des CW-Betriebs wenig ermutigend. Daher sind nur wenige direkte Messungen von ^{119}Sn-Resonanzen bekannt, erwähnenswert ist hier die Arbeit von BURKE und LAUTERBUR [23]. Durch den Gebrauch der Doppelresonanztechnik [37,G2,H1] und Einführung der Pulse-Fourier-Transform-Spektroskopie mit Heterokernentkopplung sowie Spektrenakkumulation [G2,H1] konnte eine Empfindlichkeitssteigerung und Meßzeitverkürzung auch für weniger günstige Kerne erreicht werden.

Die in der vorliegenden Arbeit beschriebenen NMR-Spektren der drei Hexamethyltrichalkogenatristanninane bestehen auf Grund der Äquivalenz der jeweils beobachteten Atomkerne aus einem Signal (^{1}H-Entkopplung bei Aufnahme der ^{13}C-, ^{77}Se-, ^{119}Sn- und ^{125}Te-Spektren vorausgesetzt). Dieses Singulett ist von kleinen Satelliten flankiert, die den Kopplungen mit den NMR-aktiven Heterokernen zugeschrieben werden können.
Wie aus der Übersicht Abschnitt 1.2 ersichtlich, sind in der Literatur Multikern-NMR-Messungen an Hexamethyldizinnchalkogeniden beschrieben. Diese eingehenden Untersuchungen wurden von KENNEDY und McFARLANE [82,83,109] durchgeführt. Ebenfalls erwähnenswert sind die ^{1}H-NMR-Ergebnisse von SCHMIDBAUR [138] und SCHUMANN [148,149,150,151]. Im Fall der Hexamethyltrichalkogenatristanninane sind einzig für den Schwefelheterocyclus ^{1}H- [115] und ^{119}Sn-NMR [37,69,75,84] -Daten erwähnt. Für das Tetramethylhexathiatetrastannaadamantan gibt FORSTNER [56] die ^{1}H-chemische Verschiebung in Dimethylsulfoxid mit 1 ppm (rel. $(CH_3)_4Si$) an.
Die im Rahmen der vorliegenden Arbeit ermittelten Daten sind in Tabelle 3.2.1 und 3.2.2 aufgelistet. In die Betrachtungen werden auch die Hexamethyltrichalkogenatristanninane mit unterschiedlichen Chalkogenatomen (vgl. Abs. 2.4) einbezogen. Zum Vergleich enthält die Tabelle 3.2.3 der Literatur entnommene NMR-Daten der Bis(trimethylzinn)chalkogenide. Bei einer Hochfeldverschiebung gegenüber dem entsprechenden Standard erhält der Wert δ der chemischen Verschiebung ein negatives Vorzeichen.

Eine Änderung der chemischen Verschiebung gegenüber einem Vergleichswert wird im folgenden mit $\Delta\delta$ bezeichnet, wobei $+\Delta\delta$ eine Verschiebung zu tieferem und $-\Delta\delta$ zu höherem Feld symbolisieren.

Beispiele für ^{1}H- (Abb. 3.2.1) und ^{119}Sn-Spektren (Abb. 3.2.2) werden an Hand der Austauschreaktion (vgl. Abs. 2.4) zwischen $[(CH_3)_2SnS]_3$ und $[(CH_3)_2SnTe]_3$ dargestellt.

Tab. 3.2.1 ^{1}H- und ^{13}C - NMR in C_6D_6

Gruppe	Verbindung	$\delta(^{1}H)$ (ppm)*	$^{1}J(^{13}CH)$ (Hz)	$^{2}J(^{119}SnCH)$ (Hz)	$^{2}J(^{117}SnCH)$ (Hz)	$\delta(^{13}C)$ (ppm)*	$^{1}J(^{119}SnC)$ (Hz)	$^{1}J(^{117}SnC)$ (Hz)
	$[(CH_3)_2SnS]_3$	0.71	133	63	60	4.45	404	386
	$[(CH_3)_2Sn]_3S_2Se$	0.70		64	61	4.45		
	$[(CH_3)_2Sn]_3S_2Te$	0.70		64	61	4.65	406	
	$[(CH_3)_2SnSe]_3$	0.83	133	61	58	4.06	361	345
	$[(CH_3)_2Sn]_3Se_2S$	0.83		61	58	4.06		
	$[(CH_3)_2Sn]_3Se_2Te$	0.82		60	57	4.32		
	$[(CH_3)_2SnTe]_3$	1.04	133	57	54	1.59	299	287
	$[(CH_3)_2Sn]_3Te_2S$	1.06		57	54	2.37	(315)	
	$[(CH_3)_2Sn]_3Te_2Se$	1.05		57	54	2.18		
	$[(CH_3)_2Sn]_3S_2Se$ $[(CH_3)_2Sn]_3Se_2S$	0.77		62.5	60	4.19		
	$[(CH_3)_2Sn]_3S_2Te$	0.88		59	56	4.19	352	
	$[(CH_3)_2Sn]_3Te_2S$	0.86		58.5	55.5	3.74	349	
	$[(CH_3)_2Sn]_3Se_2Te$	0.94		58.5	55.5	3.54		
	$[(CH_3)_2Sn]_3Te_2Se$	0.92		58	55	3.15		
	$(CH_3Sn)_4S_6$	0.70		71.5	68.4			

* δ rel $(CH_3)_4Si$, digitale Auflösung: ^{1}H 0.3 Hz ($3\cdot10^{-3}$ ppm)

^{13}C 1.5 Hz (0.07 ppm)

Tab. 3.2.2 ^{119}Sn - NMR und ^{A}X - NMR in C_6D_6

Gruppe	Verbindung	$\delta(^{119}Sn)$ (ppm)*	^{A}X	$^{2}J(^{119}SnX^{117}Sn)$ (Hz)	$\delta(^{A}X)$ (ppm)*	$^{1}J(^{A}X^{119}Sn)$ (Hz)	$^{2}J(^{A}X^{13}C)$ (Hz)
	$[(CH_3)_2SnS]_3$	131		195			
	$[(CH_3)_2Sn]_3S_2Se$	137		204			
	$[(CH_3)_2Sn]_3S_2Te$	148		223			
	$[(CH_3)_2SnSe]_3$	42	^{77}Se	237	-357	1228	
	$[(CH_3)_2Sn]_3Se_2S$	34	^{77}Se	229		1220	
	$[(CH_3)_2Sn]_3Se_2Te$	55	^{77}Se	244		1244	
	$[(CH_3)_2SnTe]_3$	-195	^{125}Te	250	-863	3098	5
	$[(CH_3)_2Sn]_3Te_2S$	-225	^{125}Te	247		3021	
	$[(CH_3)_2Sn]_3Te_2Se$	-213	^{125}Te	250		3049	
	$[(CH_3)_2Sn]_3S_2Se$	84	S	204		-	
			^{77}Se	220		1238	
	$[(CH_3)_2Sn]_3Se_2S$	91	S	212		-	
			^{77}Se	229		1245	
	$[(CH_3)_2Sn]_3S_2Te$	-32	S	223		-	
			^{125}Te	223		3198	
	$[(CH_3)_2Sn]_3Te_2S$	-9	S	232		-	
			^{125}Te	247		3278	
	$[(CH_3)_2Sn]_3Se_2Te$	-79	^{77}Se	244		1196	
			^{125}Te	244		3174	
	$[(CH_3)_2Sn]_3Te_2Se$	-64	^{77}Se	242		1211	
			^{125}Te	250		3220	

* $\delta^{119}Sn$ rel $(CH_3)_4Sn$; $\delta\ ^{A}X$ rel $(CH_3)_2X$

digitale Auflösung 3 Hz (0.2 ppm)

Tab. 3.2.3 Bis(trimethylzinn)chalkogenide NMR-Daten

Verbindung	Lsgm	δ-^{1}H- (ppm)	$^{1}J(^{13}CH)$	$^{2}J(^{119}SnH)$	$^{2}J(^{117}SnH)$	δ-^{13}C- (ppm)	$^{1}J(^{119}SnC)$	^{A}X	δ-^{A}X (ppm)	$^{1}J(^{119}SnX)$	$^{3}J(XH)$	δ-^{119}Sn (ppm)	Lit
$[(CH_3)_3Sn]_2S$	CCl_4	0.4	130.3	56.3	53.9								138
	C_6H_6	0.33		56.2	53.7								148,151
	CH_2Cl_2		+130.8	+57.1		-0.9	-356	S	-	-	-	+86.5	83
$[(CH_3)_3Sn]_2Se$	CCl_4	0.58	132.0	56.0	53.5								138
	C_6H_6	0.45		55.5	53.1							41.7	147, 149,15
	CH_2Cl_2		+131.5	+56.1		-1.05	-340	^{77}Se	-547	+1060	1.5	+44.5	82, 83
$[(CH_3)_2Sn]_2Te$	C_6H_6	0.57		55.0	52.6								150, 151
	CH_2Cl_2	0.53	+132.3	+55.3		-1.9		^{125}Te	-1274	-1385	-2.9	-66.8	82, 83, 10

Abb. 3.2.1 90 MHz PMR $[(CH_3)_2SnS]_3$ / $[(CH_3)_2SnTe]_3$

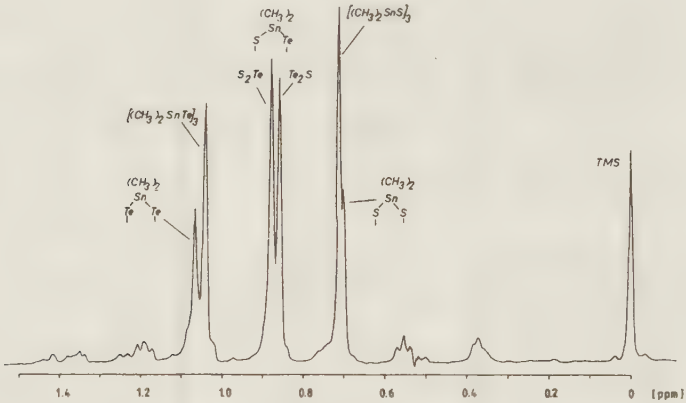
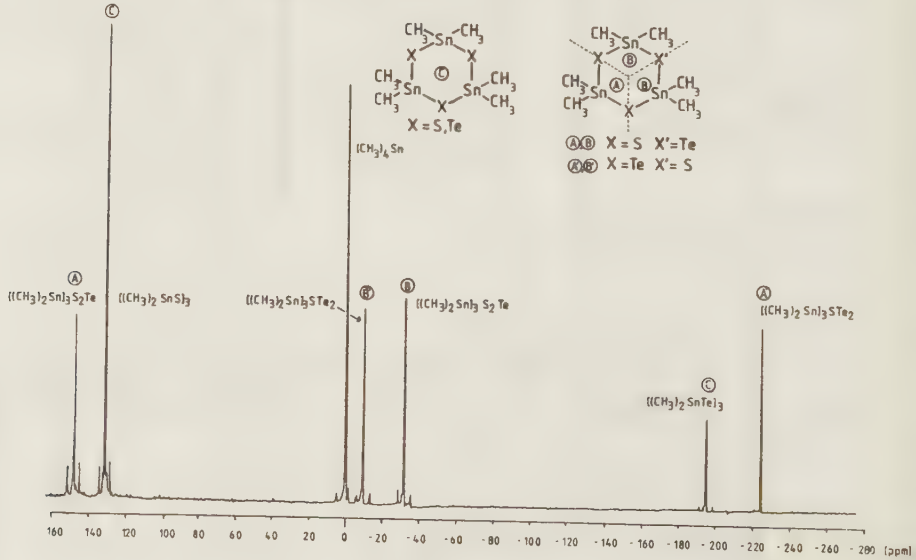


Abb. 3.2.2 ^{119}Sn-NMR $[(CH_3)_2SnS]_3$/ $[(CH_3)_2SnTe]_3$



3.2.1 Chemische Verschiebung

Die folgenden einführenden Betrachtungen berücksichtigen hauptsächlich die in der vorliegenden Arbeit vorkommenden Kerne und basieren auf einer Zusammenfassung von MASON[M2].

Die chemische Verschiebung resultiert aus dem Unterschied zwischen dem äußeren Magnetfeld H_o und dem am Kernort wirksamen Magnetfeld H_{eff}, der auf Abschirmeffekten der Elektronenhülle des zu beobachteden Kerns basiert.

$$H_{eff} = H_o - \sigma H_o \qquad 3.1$$

Diese magnetische Abschirmung σ_A eines Kerns A in einem Molekül setzt sich aus verschiedenen Beiträgen zusammen

$$\sigma_A = \sigma^d_{AA} + \sigma^p_{AA} + \sum_{A \neq B} \sigma_{AB} + \sigma_A^l + \sigma_E + \sigma_M \qquad 3.2$$

mit σ^d_{AA} = diamagnetischer Abschirmterm

σ^p_{AA} = paramagnetischer Abschirmterm

σ_{AB} = Nachbargruppenbeitrag

σ_A^l = Ringstromeffekt

σ_E = Feldbeitrag durch Dipole

σ_M = Beitrag durch äußere Einflüsse

σ^d_{AA} = diamagnetischer Abschirmterm

Durch das Magnetfeld H_o werden Elektronenbewegungen induziert. Dieses induzierte Feld wirkt dem äußeren Magnetfeld entgegen. Für ein isoliertes sphärisches Atom stellt es den einzigen Beitrag zu σ dar und kann durch die Lamb-Formel beschrieben werden[124].

$$\sigma^{d}_{AA} = \frac{e^2}{3mc^2} \sum_i \overline{r_i^{-1}} \qquad 3.3$$

mit $\overline{r_i^{-1}}$ = mittlerer reziproker Abstand des Elektrons i vom Kern.

Der Betrag der diamagnetischen Abschirmung wird also von der Elektronendichte des Atoms A bestimmt. Werden die Substituenten an A elektronegativer so nimmt die Elektronendichte von A ab und es resultiert eine Tieffeldverschiebung. Da der Hauptbeitrag zu σ^{d}_{AA} im wesentlichen von inneren Elektronen verursacht wird [124] und bei der Hybridisierung (durch die Bindungsbildung) lediglich die Valenzorbitale gestört werden, wird mit zunehmender Hauptquantenzahl der Anteil von σ^{d}_{AA} geringer [78] . Während der diamagnetische Beitrag die chemische Verschiebung von Protonen entscheidend beeinflußt, kann er bei Betrachtung des ^{119}Sn-Shifts vernachlässigt werden [83,K2] .

σ^{p}_{AA} = paramagnetischer Abschirmterm

Verursacht durch die Ladungsasymmetrie, die von der Gegenwart anderer Kerne herrührt, werden am Atom A paramagnetische Felder induziert, die das äußere Magnetfeld verstärken. Dieser Term wird empfindlich von der chemischen Struktur beeinflußt und liefert für die meisten betrachteten Kerne den Hauptbeitrag zur chemischen Verschiebung [M2] . Eine Ausnahme bilden die leichteren Kerne, wie z.B. das Proton.

Nach einer Molekülorbitalbetrachtung von JAMESON und GUTOWSKY [78] ist σ^{p}_{AA} vereinfacht gegeben durch:

$$\sigma^{p}_{AA} = \frac{2e^2h^2}{3m^2c^2\Delta E} \left(\langle r^{-3} \rangle_{np} Q_{np} + \langle r^{-3} \rangle_{nd} Q_{nd} \right) \qquad 3.4$$

ΔE ist eine mittlere Elektronenanregungsenergie, die das Ausmaß angibt, mit dem Grund- und angeregte Energiezustände vom Magnetfeld beeinflußt werden. Für verwandte Verbindungen wird ΔE als nahezu konstant angesehen [75,78,K2].

$\langle r^{-3} \rangle_{np}$ und $\langle r^{-3} \rangle_{nd}$ sind die Erwartungswerte der reziproken Volumina der Valenz p- bzw. d-Orbitale. n entspricht der Hauptquantenzahl. Innerhalb einer Gruppe des Periodensystems nehmen mit zunehmender Ordnungszahl die Erwartungswerte zu, daher spiegeln die ^{119}Sn-Shifts empfindlicher Änderungen in der Elektronenhülle als z.B. ^{13}C-Shifts [78].

Q_{np} und Q_{nd} representieren das Elektronenungleichgewicht der Valenz p- und d-Orbitale des zu betrachtenden Kerns. Da ^{1}H energetisch günstige p-Orbitale fehlen, hat der paramagnetische Abschirmterm nahezu keinen Einfluß auf die ^{1}H-chemische Verschiebung [124]. Die numerischen Werte für Q_{np} und Q_{nd} hängen von der Koordinationszahl des Atoms, der Hybridisierung seiner Bindungsorbitale und der Polarität seiner Bindungen ab. Für die in der vorliegenden Arbeit betrachteten Verbindungen kann Q_{5d} vernachlässigt werden, da nur sp_n hybridisierte Atome zu erwarten sind. Im kugelsymmetrischen Fall mit besetzten Orbitalen ist $Q_{np} = 0$. Der maximale Wert ist für $Q_{np} = 2$, für den Fall, daß zwei p-Orbitale besetzt sind und eins unbesetzt ist oder umgekehrt. Der erreichte Maximalwert ist atomspezifisch [78] und beträgt für C $\sim 3/2$ und für Sn ~ 2. Obwohl diese Extremzustände selten vorkommen, lassen sie den Einfluß der relativen Elektronegativitäten auf die Sn-chemische Verschiebung erkennen. Mit einem Anwachsen der Elektronegativitätsdifferenz der verschie-

denen Substituenten wird der paramagnetische Abschirmterm größer werden und eine zunehmende Tieffeldverschiebung verursachen. Der Einfluß der Hybridisierung spiegelt sich auch in der Änderung der Bindungswinkel, wobei eine Bindungswinkelverkleinerung in einer Verschiebung zu tieferem Feld resultiert [18,81].

$\sum_{A \neq B} \sigma_{AB}$ = Nachbargruppenbeitrag

$\sum_{A \neq B} \sigma_{AB}$ ist ein Beitrag zur Abschirmung des Atoms A, der von der Elektronenzirkulation an einem Atom B verursacht wird. Dieser Beitrag ist proportional dem reziproken Abstand zwischen A und B. Für Sn und andere schwere Kerne wird der Nachbargruppenanisotropieeffekt als nebensächlich angesehen [37,K2,M2]. Für Kerne mit relativ kleinem Shiftbereich wie ^{1}H oder ^{13}C kann dieser Term beträchtlich zur chemischen Verschiebung beitragen [159], deshalb soll er im folgenden noch etwas näher erläutert werden (vgl. Abb. 3.2.3).

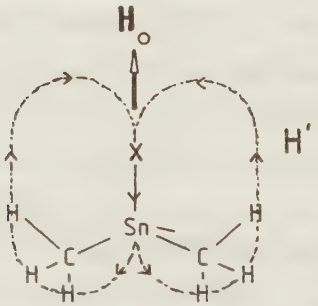


Abb. 3.2.3 Magnetischer Anisotropieeffekt

Das äußere Magnetfeld H_o induziert ein Magnetfeld H', das nicht generell dem äußeren Feld entgegensteht, sondern anisotrop ist. Wie der Feldlinienverlauf zeigt, wirkt es am Ort der Sn-X Bindung gegen das äußere Magnetfeld. Am Ort des Protons verstärkt es das äußere Feld. Dieses Feld, d.h. der Anisotropieeffekt ist am stärksten für Substituenten mit vielen Außenelektronen wie Halogene[98,159,164] oder Chalkogene[5,102,138,166] und großer Hauptquantenzahl. Der Anisotropieeffekt bewirkt also, daß das induzierte Feld am Ort des Protons das angelegte Magnetfeld verstärkt und so im ^{1}H-NMR Spektrum eine Tieffeldverschiebung beobachtet wird.

σ_A^1 = Ringstromeffekt

σ_A^1 ist der Beitrag zur Abschirmung durch Ringströme von Elektronen, die keinem Atom fest zugeordnet werden können und erlangt Bedeutung für ^{1}H-Spektren aromatischer Verbindungen[124,G2].

σ_E = Feldbeitrag durch Dipole

σ_E berücksichtigt die Effekte permanenter oder induzierter Dipole, die die Elektronenstruktur stören [G2].
In Molekülen mit polaren Gruppen wie z.B. Sn-S können die elektrischen Dipolmomente intramolekular eine Veränderung der Ladungsdichte an bestimmten Atomen hervorrufen, da die Elektronenstruktur durch die Wirkung eines elektrischen Feldes verzerrt werden kann. Je nach relativer Lage des polarisierbaren Atoms und des Feldvektors resultiert verstärkte Abschir-

mung oder Entschirmung. Ein Vorliegen eines Beitrags, der durch ein elektrisches Feld verursacht wird, kann durch Vergleich der ^1J Kopplungskonstanten bestätigt werden, da Kopplungskonstanten von der magnetischen Feldstärke unabhängig sind, aber von der elektrischen Feldstärke beeinflußt werden[167]. Eine genauere Untersuchung des Terms für andere Kerne als ^1H steht noch aus[83].

σ_M = Beitrag durch äußere Einflüsse

σ_M beschreibt Einflüsse des Mediums, wie z.B. Lösungsmitteleffekte[G2]. So liegen Resonanzsignale gelöster Substanzen mit aromatischem Lösungsmittel bei höherer Feldstärke, als mit aliphatischem Lösungsmittel (ASIS-Shift = Aromatic solvent induced shielding)[22] (vgl. Tab. 3.2.3). Für Kerne mit relativ großem Shiftbereich wird der Einfluß des ASIS-Shifts unerheblich, während koordinierende Lösungsmittel wie DMSO oder Pyridin auch hier zu beträchtlichen Shift-Änderungen führen können[S4].

^{1}H-Chemische Verschiebung

Wie den vorangehenden Betrachtungen zu entnehmen ist, sollte bei einer Dominanz des diamagnetischen Terms mit abnehmender Elektronendichte am Sn auf Grund einer induktiven "long-range" Entschirmung am Proton der ^{1}H-Shift von X = S nach X = Te abnehmen. Die Ergebnisse in Tabelle 3.2.1 und 3.2.3 lassen den entgegengesetzten Trend erkennen. Übereinstimmend mit der Deutung von KENNEDY [83] läßt sich dieser Effekt der magnetischen Anisotropie der Zinn-Chalkogenbindung zuschreiben, der zu einer Überkompensation des induktiven Effekts führt.

Diese Interpretation wird durch die ^{1}H-Spektren der Austauschprodukte bestätigt (vgl. Abb. 3.2.1). Die Verschiebungswerte der Cyclen mit unterschiedlichen Chalkogenatomen zeigen, daß das direkt gebundene Chalkogenatom sowohl induktiv als auch anisotrop wirkt, während das entfernte Chalkogenatom nur noch einen induktiven Einfluß auf den ^{1}H-Shift ausüben sollte. Aus diesem Grund ist das Signal der $(CH_3)_2SnS_2$-Gruppierung in der Verbindung $[(CH_3)_2Sn]_3S_2Te$ um 0.9 Hz nach höherem Feld verschoben im Vergleich zum reinen Hexamethyltrithiatristanninan. Analog läßt sich für die entsprechende $(CH_3)_2SnTe_2$-Gruppierung eine Tieffeldverschiebung um 2.6 Hz feststellen. Die gleiche Betrachtung läßt sich auch für die beiden mittleren Signale durchführen. Diese sind jeweils um den halben Differenzbetrag von einem hypothetischen Zentralsignal entfernt, für $[(CH_3)_2Sn]_3S_2Te$ 0.4 Hz nach tieferem Feld und für $[(CH_3)_2Sn]_3Te_2S$ 1.3 Hz nach höherem Feld.

Ausgehend vom $(CH_3)_4Sn$ über $[(CH_3)_3Sn]_2X$ und $[(CH_3)_2SnX]_3$ zu

$(CH_3Sn)_4X_6$ [$(CH_3)_nSn$, n=1 - 4] kann mit zunehmender Chalkogensubstitution eine Tieffeldverschiebung, wie für entsprechende Halogen-[164] oder Thiomethylsubstitution[5,166] beschrieben, nur für n=4, 3 und 2 beobachtet werden. Mit X = S wird für n=1 keine weitere Verschiebung gegenüber n=2 festgestellt. Für X = Se oder Te verhindert die schlechte Löslichkeit der Substanzen eine Überprüfung des für X = S beobachteten Trends, der auf eine teilweise Kompensation des Anisotropieeffektes durch Einführung einer dritten S-Sn-Gruppierung hindeuten könnte.

^{13}C-Chemische Verschiebung

δ-^{13}C reagiert ausgeprägter als δ-^{1}H auf Änderungen der chemischen Umgebung des Sn-Kerns. Vergleicht man δ-^{13}C von $(CH_3)_4Sn$ mit den Werten von $[(CH_3)_3Sn]_2X$ und $[(CH_3)_2SnX]_3$ so ist $\Delta\delta$ stets positiv und wie folgt abgestuft: δ-^{13}C (X=S) > δ-^{13}C (X=Se) > δ-^{13}C (X=Te). Dies entspricht den Erwartungen für eine chemische Verschiebung, deren Wert in der Hauptsache vom paramagnetischen Abschirmterm (vgl. Gl. 3.4) bestimmt wird. Ein Substituent mit größerer Elektronegativität verursacht am Sn-Atom eine geringere Elektronendichte, die gleichzeitig in einer geringeren Abschirmung am C-Atom resultiert und damit zu einem positiveren $\Delta\delta$ führt.

Wird in den Verbindungen $[(CH_3)_2SnX]_3$ ein Chalkogen X durch ein heteroanaloges X' ersetzt, so wird stets für die beobachtete $(CH_3)_2SnX_2$-Gruppierung ein $+\Delta\delta$ im Vergleich zur Ausgangsverbindung gemessen. Diese einheitliche Tieffeldverschiebung läßt sich nicht mit dem bestimmenden Einfluß von σ^p_{AA} erklären, da sich für X=S oder X=Se und X'=Te ein $-\Delta\delta$ ergeben sollte. Eine Berücksichtigung des Nachbargruppenanisotropieeffektes (vgl. δ - ^{119}Sn) resultiert entgegen dem Meßergebnis nicht in einem einheitlichen Trend nach tiefem Feld. Damit kann der Term σ_{AB} nicht zur Deutung der Ergebnisse benutzt werden. Nicht auszuschließen ist ein Beitrag σ_E, der durch das elektrische Feld der polaren Sn-S- bzw. Sn-Se-Bindung verursacht wird. Der Einfluß von σ_E reicht aber nicht aus, um die Diskrepanz zu erklären. Sicherlich können profundere theoretische Untersuchungen helfen, die Ergebnisse zu deuten.

^{119}Sn-Chemische Verschiebung

Ein Vergleich der chemischen Verschiebungen von $(CH_3)_4Sn$ mit $[(CH_3)_3Sn]_2X$ und $[(CH_3)_2SnX]_3$ verdeutlicht folgende Unterschiede (vgl. Tab. 3.2.2 und 3.2.3):

für X=S : $+\Delta\delta$

für X=Se: $\delta[(CH_3)_3Sn]_2Se - \delta(CH_3)_4Sn = +\Delta\delta$

$\delta[(CH_3)_2SnSe]_3 - \delta[(CH_3)_3Sn]_2Se = 0$

für X=Te: $-\Delta\delta$

Zur theoretischen Interpretation der ^{119}Sn - chemischen Verschiebung für Verbindungen des Typs $(CH_3)_{4-n}SnX_n$ berechnet RADEGLIA [128] reduzierte paramagnetische Abschirmkonstanten (σ^{p*}), die σ^{p}_{AA} (vgl. Gl. 3.4) direkt negativ proportional sind. Ausgehend von der Formel von GUTOWSKY [78] (vgl. Gl.3.4) wird ideale Tetraedergeometrie angenommen, $p\pi$ - $d\pi$ - Wechselwirkungen vernachlässigt, die mittlere Anregungsenergie ΔE für einen Verbindungstyp als konstant angesehen und das σ-Bindungsgerüst durch vier lokalisierte orthogonale Molekülorbitale beschrieben. Die Polarität der Molekülorbitale ist durch die Elektronegativitätsdifferenz der Bindungspartner $Sn-CH_3$ bzw. Sn-X gegeben. Der Erwartungswert des reziproken kubischen Radius der 5p-Atomorbitale des Sn-Atoms (vgl. Gl. 3.4) wird entsprechend den SLATER'schen Abschirmregeln ermittelt [53]. Analoge Berechnungen für die hier vorliegenden Verbindungen ergeben für alle drei Chalkogenatome mit zunehmender Substitution ein negatives $\Delta\delta$, mit σ^{p*} (X=S) > σ^{p*} (X=Se) > σ^{p*} (X=Te). Es soll nicht näher auf diese Abschätzung nach RADEGLIA [128] eingegangen werden, da sie zuviele Vereinfachungen enthält und die reduzierten paramagnetischen Abschirmkonstanten zu empfindlich von den benutzten Elektronegativitätswerten beeinflußt werden. Die Abschätzung läßt jedoch erkennen, daß δ-^{119}Sn der hier besprochenen Verbindungen noch von anderen Parametern, außer von σ^{p}_{AA} (vgl. Gl. 3.4) entscheidend beeinflußt wird.

Bei einem dominierenden Einfluß von σ^{p}_{AA} führt eine Verringerung der Elektronendichte am Sn-Kern zu einem positiven $\Delta\delta$.

Hierbei verursachen Substituenten mit größerer Elektronegativitätsdifferenz zum Sn-Atom oder solche mit einer kleinen Kernladungszahl eine geringe magnetische Abschirmung. Für $[(CH_3)_2SnX]_3$ ist δ-^{119}Sn (X=Te) < δ (X=Se) < δ (X=S) (vgl. Tab. 3.2.2). Berücksichtigt man allerdings auch die Ergebnisse für die Heterocyclen mit unterschiedlichen Chalkogenatomen, so muß der alleinige Einfluß der paramagnetischen Abschirmung in Frage gestellt werden. Die Änderung des ^{119}Sn-Shifts der $(CH_3)_2SnTe_2$-Gruppe des Hexamethyltritelluratristanninans sollte durch den Austausch eines Tellurs gegen ein anderes Chalkogen positiv sein, gemessen wird für X'=S sowie für X'=Se $\Delta\delta$ = -18 ppm. Entsprechend wird beim Austausch eines Schwefelatoms im Hexamethyltrithiatristanninan durch ein heteroanaloges Chalkogenatom δ-^{119}Sn der $(CH_3)_2SnS_2$-Gruppe wie folgt geändert: X'=Se $\Delta\delta$ = +6 ppm und X'=Te $\Delta\delta$ = +17 ppm.
Die analoge Beobachtung für die $(CH_3)_2SnSe_2$-Gruppe des Hexamethyltriselenatristanninans ergibt: X'=S $\Delta\delta$ = -8 ppm und X'=Te $\Delta\delta$ = +13 ppm. Eine Erklärung dieses Effektes mit $p\pi - d\pi$ - Anteilen ist auf Grund der noch zu beschreibenden Ergebnisse der Röntgenstrukturanalysen nicht möglich, da die gefundenen Sn-X-Abstände keine π -Bindungsanteile erwarten lassen.
KENNEDY [83] erachtet Nachbargruppenanisotropiebeiträge zur ^{119}Sn-Verschiebung bei Bis(trimethylzinn)chalkogeniden als unerheblich. Für die in der vorliegenden Arbeit zu beschreibenden Zinn-Chalkogenheterocyclen kann jedoch, wie folgende vereinfachte schematische Betrachtung zeigt, der Einfluß von

σ_{AB} (vgl. Gl. 3.4) nicht vernachlässigt werden.

Das Magnetfeld H_o des Spektrometers induziert in der Sn^*-X-Bindung (vgl. Abb. 3.2.4) ein anisotropes Magnetfeld H'. Am Ort des beobachteten Sn^*-Kerns schwächt H' das Feld H_o.

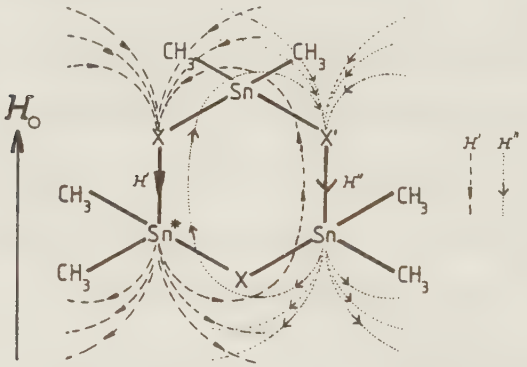


Abb. 3.2.4 Magnetischer Anisotropieeffekt

Gleichzeitig induziert H_o ausgehend von der Sn-X'-Bindung ein anisotropes Magnetfeld H'', das das äußere Magnetfeld am Ort der Beobachtung verstärkt. Hierbei ist zu berücksichtigen, daß die Feldstärke der anisotropen Magnetfelder mit der 3. Potenz der Entfernung abnimmt. Sind die Atome X und X' gleich, so wird in Lösung ein Wert δ_1 gemessen. Ist X≠X', so unterscheidet sich der gemessene Wert δ' von dem Wert δ_1 (für X=X') um einen anisotropen Beitrag von X'. Im Fall eines positiven $\Delta\delta$ für $[(CH_3)_2Sn]_3S_2Te$ im Vergleich zum $[(CH_3)_2SnS]_3$ wird das äußere Feld H_o verstärkt. Die Signallagen in den Gruppie-

rungen $(CH_3)_2SnXX'$ (vgl. Abb. 3.2.2 und Tab. 3.2.2) bestätigen diese Deutung.

Die Nachbargruppenbeiträge sind schwer zu quantifizieren [M2], da stets relative Werte zugänglich sind und obige Ergebnisse sicherlich nicht nur vom Anisotropieeffekt der cyclischen Struktur verursacht werden. Bisher liegen nur für die Elemente der 2. Periode ab initio Berechnungen zum Nachbargruppenanisotropiebeitrag vor, wobei der Einfluß von Substituenten mit höherer Ordnungszahl noch weiterer Klärung bedarf [M2].

Neben dem Nachbargruppenanisotropieeffekt erscheint eine Berücksichtigung des Effektes permanenter oder induzierter Dipole (σ_E) angebracht, der zum Teil wesentliche Beiträge zur Abschirmung liefert [167], bisher aber nur für Protonen genauer untersucht wurde [130]. Hierbei ist der Einfluß von σ_E auf die chemische Verschiebung des $[(CH_3)_2SnTe]_3$ sicherlich zu vernachlässigen, da die Zinn-Tellur-Bindung als relativ unpolar angesehen werden kann, wird jedoch ein Te-Atom durch ein Se-oder S-Atom ersetzt, so sollte mit zunehmender Polarisierung des Heterocyclus σ_E berücksichtigt werden.

Eine quantifizierte Abschätzung der verschiedenen Einflüsse auf $\delta^{-119}Sn$ muß detaillierteren theoretischen Betrachtungen vorbehalten bleiben. Bedingt durch die Ringstruktur der Verbindungen mit unterschiedlichen Chalkogenatomen erweisen sich Beiträge zu σ_A als wichtig, deren Bedeutung bei den meist kettenförmigen Verbindungen nicht offenbar wurde.

^{A}X-Chemische Verschiebungen

Wie oben erwähnt, sind die Isotope ^{77}Se und ^{125}Te für Kernresonanzmessungen geeignet. Der paramagnetische Abschirmterm σ^{p}_{AA} (vgl. Gl. 3.4) wird als bestimmender Faktor für die δ-^{77}Se- und δ-^{125}Te-Werte angesehen [80,83,109]. Da für die hier zu betrachtenden Verbindungen nur sp_n hybridisierte Atome zu erwarten sind, wird σ^{p}_{AA} nur von Änderungen in Q_{np} beeinträchtigt. Eine Erhöhung der Elektronendichte am betrachteten Kern sollte zu einer Hochfeldverschiebung führen.

Die Hexamethyltrichalkogenatristanninane können als Derivate der Bis(trimethylzinn)chalkogenide angesehen werden, die durch Substitution von Methylgruppen durch -X-Sn$(CH_3)_2$-Einheiten entstanden sind. Da bisher keine Spektren für die Heterocyclen mit unterschiedlichen Chalkogenatomen vorliegen, bleibt ein Vergleich der entsprechenden δ-^{A}X-Werte auf $(CH_3)_2X$ mit $[(CH_3)_3Sn]_2X$ und $[(CH_3)_2SnX]_3$ beschränkt. Dieser Vergleich der Daten aus Tab. 3.2.2 und Tab. 3.2.3 führt zu folgendem Ergebnis:

$$\delta[(CH_3)_3Sn]_2X - \delta(CH_3)_2X = -\Delta\delta$$

$$\delta[(CH_3)_2SnX]_3 - \delta(CH_3)_2X = -\Delta\delta$$

$$\delta[(CH_3)_2SnX]_3 - \delta[(CH_3)_3Sn]_2X = +\Delta\delta$$

Erwartungsgemäß wird mit der Substitution der beiden CH_3-Gruppen in $(CH_3)_2X$ durch zwei elektropositive $(CH_3)_3$Sn-Einheiten die Elektronendichte am Chalkogen zunehmen, daraus resultiert sowohl für X=Se als auch für X=Te eine Hochfeldverschiebung. Da die -$(CH_3)_2$SnX-Einheiten als leicht elektronegativer anzusehen sind als die $(CH_3)_3$Sn-Einheiten, ergibt sich für die Hexamethyltrichalkogenatristanninane im Vergleich zum Dimethylchalkogenid

wiederum eine Hochfeldverschiebung, die jedoch weniger drastisch ausfällt als die für $[(CH_3)_3Sn]_2X$.

Der von Mc FARLANE[109] beschriebene lineare Zusammenhang für $\delta^{77}Se/\delta^{125}Te$ für analoge Verbindungen kann auch für die hier betrachteten Substanzen bestätigt werden. Hierbei wird vorausgesetzt, daß Q_{np} in entsprechenden Molekülen gleich ist. Damit soll auf die Ähnlichkeit zwischen Se- und Te-Bindung in vergleichbaren Molekülen geschlossen werden. Die geringe Anzahl geeigneter Meßwerte für Sn-Chalkogenverbindungen verhindert eine eingehendere Diskussion.

3.2.2 Kopplungskonstanten

Nach der Theorie von RAMSEY[129] kann die Kopplungskonstante J_{AB} zwischen zwei Kernen A und B als Summe von 3 Beiträgen angesehen werden[79,125,M4]

$$J_{AB} = J^{O}_{AB} + J^{D}_{AB} + J^{C}_{AB} \qquad 3.5$$

mit J^{O}_{AB} = Orbitalterm

J^{D}_{AB} = Spin-Dipol Beitrag

J^{C}_{AB} = Fermi-Kontakt Wechselwirkung

J^{O}_{AB} beschreibt die Wechselwirkungen von Orbitalströmen mit dem magnetischen Moment. Jedes magnetische Moment induziert im Molekül Ströme, die ihrerseits magnetische Felder verursachen, wobei andere Kerne von diesen Feldern beeinflußt werden. Bei MO-Be-

rechnungen werden zwei Beiträge getrennt betrachtet [125]. Im ersten Teil werden angeregte Molekülzustände vernachlässigt, während der zweite Teil eine Mischung des Grundzustandes mit dem ersten angeregten Zustand berücksichtigt. Neben der Proportionalität zu dem Produkt der magnetogyrischen Verhältnisse von A und B (γ_A γ_B mit $\gamma = \frac{\vec{\mu}}{\vec{P}}$ wobei $\vec{\mu}$ = magnetisches Moment, $\vec{P}$ = Drehimpuls) und zu dem Produkt der Erwartungswerte der reziproken Kernvolumina ($\langle r^{-3} \rangle_A$ $\langle r^{-3} \rangle_B$) für beide Beiträge, ergibt sich für den zweiten Beitrag ein Zusammenhang mit der mittleren Singulett-Elektronenanregungsenergie ($^1\Delta E$). Berechnungen von POPLE und SANTRY [125] für Elemente der 2. Periode führen zu dem Ergebnis, daß für direkt gebundene Atome der Orbitalterm J^D_{AB} nur dann ungleich null ist, wenn zwischen A und B Mehrfachbindungen bestehen.

J^D_{AB} entsteht durch Dipolwechselwirkungen zwischen dem magnetischen Moment eines Kerns und dem Spin von Elektronen. Dies verursacht eine Elektronen-Spin-Polarisation mit magnetischen Feldern, die andere Kerne beeinflussen. Die Betrachtungen von POPLE und SANTRY [125] ergeben für J^D_{AB} eine direkte Proportionalität zum Produkt der magnetogyrischen Verhältnisse und der reziproken Erwartungsvolumina für Kerne A und B, sowie einen Zusammenhang mit der mittleren Elektronenanregungsenergie zwischen Grund- und Triplettzustand. Ergebnisse für Elemente der 2. Periode zeigen, daß J^D_{AB} für direktgebundene Atome klein ist im Vergleich zu experimentellen Werten für J_{AB}. So errechnen JAMESON und GUTOWSKY [79] für J^D_{SnC} einen Wert von etwa 9 Hz, der im Vergleich zu den in der vorliegenden Arbeit gemessenen Kopplungskonstanten $^1J(Sn-C)$ = 300 bis 400 Hz unerheblich erscheint.

Ein entsprechender Größenunterschied ist auch zwischen $^1J(Sn-X)$ und J^D_{SnX} zu erwarten[79].

J^C_{AB}, auch als Fermi-Kontakt Wechselwirkung bezeichnet, beschreibt die Kopplung zwischen dem magnetischen Moment und dem Elektronenspin am Kern, die zu einer Elektronenspinpolarisation führt[41,105,125].

$$J^C_{AB} = \frac{16\beta^2}{9\,\gamma_A\gamma_B\,h}\psi^2_{ns(A)}(0)\,\psi^2_{ns(B)}(0)\,\pi_{AB} \qquad 3.6$$

Mit Einführung einer mittleren Elektronenanregungsenergie wird J^C_{AB} modifiziert zu [82, 113]

$$J^C_{AB} = \frac{16\beta^2}{9\,\gamma_A\gamma_B\,h}\psi^2_{ns(A)}(0)\,\psi^2_{ns(B)}(0)\,\alpha^2(A)\,\alpha^2(B)\,(\Delta E)^{-1} \qquad 3.7$$

β = Bohrsches Magneton

γ = magnetogyrisches Verhältnis

ψ^2_{ns} = Valenzelektronendichte in einem Abstand 0 vom Kern mit der Hauptquantenzahl n

π_{AB} = wechselseitige Polarisierbarkeit der Atome A und B

α^2 = s-Charakter des Hybridorbitals der A-B-Bindung

ΔE = mittlere Elektronenanregungsenergie

Der Fermi-Kontaktterm wird allgemein als der dominierende Beitrag zu den direkten Kopplungskonstanten $^1J(AB)$ angesehen[41,79 125,M2]. Aus Gleichung 3.7 ergibt sich somit ein Zusammenhang zwischen Kopplungskonstante (J), s-Charakter (α^2) und s-Elektronendichte (ψ^2_{ns} (0)) am Kern selbst. Es werden nur s-Elektronen berücksichtigt, da nur diese am Kern selbst eine endliche Aufenthaltswahrscheinlichkeit haben. Mit größerer Elektronegativität der Substituenten am Sn-Atom wird die effektive Kernladung

durch eine Vergrößerung von ψ^2_{5s} (O) zunehmen, damit wird der Wert der entsprechenden Zinn-Heteroatom-Kopplungskonstanten größer. Gleichzeitig ist eine Konzentration des 5s Anteils (α^2(Sn)) in den Bindungen zu den weniger elektronegativen Partnern zu berücksichtigen, die eine Vergrößerung von J bewirkt [K2].

Auf Grund der direkten Beziehung zwischen J_{AB} und $\gamma_A \gamma_B$ wird eine reduzierte Kopplungskonstante K_{AB} definiert [125,M4].

$$K_{AB} = \frac{J_{AB}\, 2\pi}{\gamma_A\, \gamma_B\, \hbar} \qquad 3.8$$

K_{AB} ist unabhängig von den individuellen Kerneigenschaften und wird nur noch von den Wechselwirkungen der Elektronen beeinflußt. Da im Rahmen der vorliegenden Arbeit die Vorzeichen der Kopplungskonstanten nicht bestimmt wurden, ist die Umrechnung in K-Werte nicht möglich.

^{1}J(Sn-C) und ^{2}J(Sn-C-H)

Wie von KENNEDY [83] für die Bis(trimethylzinn)chalkogenide beobachtet, nehmen auch für die Hexamethyltrichalkogenatristanninane sowohl ^{1}J(Sn-C) wie ^{2}J(Sn-C-H) von X=S über X=Se zu X=Te ab, wobei die größeren Werte (Vgl. Tab. 3.2.1 und 3.2.3) von ^{1}J(Sn-C) erwartungsgemäß [112] empfindlicher reagieren als die kleineren für ^{2}J(Sn-C-H). Die Größenordnungen der jeweiligen Änderungen für ^{1}J(Sn-C) und ^{2}J(Sn-C-H) sind vergleichbar, damit kann der von McFARLANE [110] beschriebene

lineare Zusammenhang zwischen $^1J(Sn-C)$ und $^2J(Sn-C-H)$ für die drei Hexamethyltrichalkogenatristanninane bestätigt werden. Vergleicht man die Ergebnisse der $^1J(Sn-C)$ für $[(CH_3)_2SnX]_3$ mit $(CH_3)_4Sn$, so ist die direkte Kopplungskonstante im Fall X=S und X=Se größer und für X=Te kleiner als $^1J(Sn-C)$ von $(CH_3)_4Sn$. Wählt man an Stelle von $(CH_3)_4Sn$ aber $[(CH_3)_3Sn]_2Sn'(CH_3')_2$ als Vergleichssubstanz mit $^2J(Sn-C-H)$ = 46.5 Hz [84] und $^1J(Sn-C)$ = 238.2 Hz [113], so ergeben sich für $[(CH_3)_2SnX]_3$ stets größere Kopplungskonstanten $^1J(Sn-C)$ und $^2J(Sn-C-H)$ mit X=Te < X=Se < X=S.

Diese Beobachtung läßt sich, gleichbleibende Elektronenanregungsenergie (ΔE) vorausgesetzt, mit dem zunehmenden 5s-Anteil der Sn-C Bindung erklären, der von einem anteiligen Verlust des 5s-Charakters in der Sn-X Bindung begleitet ist. Dies steht im Einklang mit BENT's Rehybridisierungsregel [83], nach der das Orbital eines Atoms den höchsten s-Charakter aufweist, das zur Bindung des Substituenten mit geringster Elektronegativitätsdifferenz benutzt wird. Je elektronegativer ein Substituent X in $[(CH_3)_3Sn]_2X$ bzw. $[(CH_3)_2SnX]_3$ ist, umso größer ist der p-Anteil des Sn-Atoms in der Sn-X-Bindung, da so eine größere Elektronendichte in der Sn-X-Bindung erreicht werden kann [125]. Der 5s-Anteil der $Sn-CH_3$-Bindungen ist im $[(CH_3)_3Sn]_2X$ somit größer als in $[(CH_3)_3Sn]_2Sn'(CH_3')_2$, mit folgender Abstufung X=S > X=Se > X=Te. Ist das Sn-Atom wie in $[(CH_3)_2SnX]_3$ an zwei elektronegative Substituenten gebunden, dann resultiert für die Sn- X -Bindungen ein noch größerer 5p-Anteil und für die $Sn-CH_3$-Bindungen ein größerer 5s-Anteil im Vergleich zum

$[(CH_3)_3Sn]_2X$. Dies wird durch die $^2J(Sn-C-H)$- sowie die $^1J(Sn-C)$ Kopplungskonstanten bestätigt.

Für die Heterocyclen mit unterschiedlichen Chalkogenatomen liegen bisher nur einige Ergebnisse für die $^1J(Sn-C)$ Kopplungskonstanten vor, (vgl. Tab. 3.2.1) die sich auch mit der Rehybridisierung der Sn-C Bindungen erklären lassen.

Der von GRANT und LITCHMAN [65] für Methylhalogenide geforderte Einfluß der effektiven Kernladung und damit von ψ^2_{ns} (0) auf die direkten Kopplungskonstanten führt zum gleichen Ergebnis, da ein Substituent mit größerer Elektronegativität zum Zinn mit einer Zunahme der effektiven Kernladung in einer größeren Kopplungskonstante resultiert. Nach DE POORTER [41] sowie MAJEE [M1] liefert die Elektronendichteverteilung ψ^2_{ns} (0) nicht den Hauptbeitrag zu $^1J(Sn-C)$. Die $^1J(C-H)$ Kopplungskonstanten der drei heteroanalogen Hexamethyltrichalkogenatristanninane lassen innerhalb der Fehlergrenzen keine Beeinflussung durch eine Variation der Chalkogensubstitution am Sn-Atom erkennen. Dies läßt auf eine gleichbleibende Elektronenkonfiguration am Kohlenstoff schließen. $\psi^2_{2s(C)}(0)$ kann so als konstant angesehen werden. Die $^1J(Sn-C)$-Werte für die $(CH_3)_2SnSTe$-Einheit lassen eine Variation erkennen, die im Gegensatz zu den entsprechenden $^1J(Sn-X)$-Werten (siehe unten) steht. Dies bestätigt, daß der Einfluß von ψ^2_{5s} (0) auf $^1J(Sn-C)$ gering ist.

Damit kann zusammenfassend gesagt werden, daß bei den hier betrachteten Verbindungen sowohl $^1J(Sn-C)$ als auch $^2J(Sn-C-H)$ von den Hybridisierungsänderungen am Sn-Atom (Einfluß von α^2)

abhängen. Jedoch soll gleichzeitig gemäß DE POORTER und GIELEN [41] vor einer quantitativen Abschätzung des 5s-Charakters gewarnt werden, da a priori kein linearer Zusammenhang zwischen $^{2}J(Sn-H)$ und s-Charakter besteht.

$^{1}J(Sn-^{A}X)$

Die Differenz der direkten Kopplungskonstanten von $[(CH_3)_2SnX]_3$ und $[(CH_3)_3Sn]_2X$ [82,83] (Tab. 4.2.2 und 4.2.3) beträgt für X=Te das 10 fache der Differenz von X=Se.
Nach KENNEDY [82] ist $^{1}K(Sn-X) = 9 \cdot {}^{1}K(C-X)$ auf Grund der unterschiedlichen s-Elektronendichten an Sn- und C-Kern. Die Änderungen der $^{1}J(Sn-^{A}X)$ Kopplungskonstanten beim Chalkogenaustausch in den Hexamethyltrichalkogenatristanninanen mit unterschiedlichen Chalkogenatomen können als Maßstab für die Empfindlichkeit der jeweiligen Kopplungskonstante benutzt werden. Hierbei werden die Ringatome wie folgt bezeichnet:
$Sn^{*}-X_a-Sn-X_b-Sn-X_c$ (Vgl. auch Abb. 3.5 und Tabelle 3.2.4), wobei Sn^{*} der beobachtete Zinnkern ist.

Für X_a und X_c = Se und X_b = Te ist $^{1}J(Sn-^{77}Se) = 1244$ Hz entsprechend mit X_b = S ist $^{1}J(Sn-^{77}Se) = 1220$ Hz, daraus ergibt sich eine Differenz $\Delta_{Se}(^{1}J(Sn-^{77}Se)) = 24$ Hz.
Mit X_a, X_b und X_c = Te beträgt $^{1}J(Sn-^{125}Te) = 3098$ Hz, analog mit X_b = S ist $^{1}J(Sn-^{125}Te) = 3021$ Hz, die Differenz = $\Delta_{Te}(^{1}J(Sn-^{125}Te) = 77$Hz.

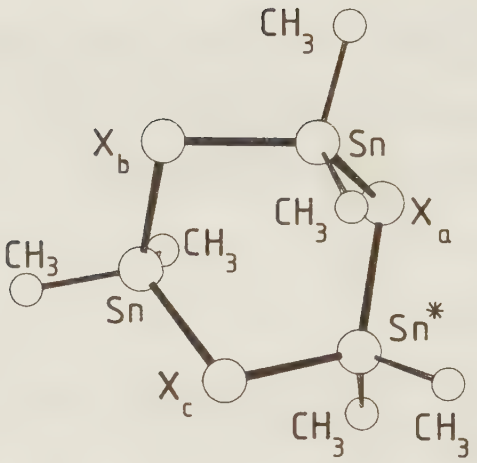


Abb. 3.2.5 Bezeichnung der Ringatome

Tabelle 3.2.4

$^1J(Sn-^{125}Te)$, X_a=Te

X_c \ X_b	Te	Se	S
Te	3098	3049	3021
Se	3220	3174	(3143)*
S	3278	(3230)*	3198

$^1J(Sn-^{77}Se)$, X_a=Se

X_c \ X_b	Te	Se	S
Te	1211	1196	(1188)*
Se	1244	1228	1220
S	(1261)*	1245	1238

* berechnet, (X_a=Te ± 2Hz), (X_a=Se ± 1 Hz)

Für X_a und X_b = Se und X_c = Te kann $^1J(Sn-^{77}Se)$ = 1196 Hz und $^1J(Sn-^{125}Te)$ = 3174 Hz gemessen werden, entsprechend für X_a und X_b = Te und X_c = Se kann $^1J(Sn-^{77}Se)$ = 1211 Hz bzw. $^1J(Sn-^{125}Te)$ = 3220 Hz gemessen werden, die daraus ermittelten Differenzen betragen:

$\Delta'_{Se}(^1J(Sn-^{77}Se))$ = 15 Hz und $\Delta'_{Te}(^1J(Sn-^{125}Te))$ = 46 Hz.

Wird nun Δ_{Te} durch Δ_{Se} und analog Δ'_{Te} durch Δ'_{Se} dividiert, so ergibt sich jedesmal ein Quotient von 3.

$$|^1J(Sn-^{125}Te)| \approx 3 \cdot |^1J(Sn-^{77}Se)|$$

Diese grobe Abschätzung kann durch Bestimmung der Vorzeichen von ^1J und Berücksichtigung der gyromagnetischen Verhältnisse (vgl. Gl. 3.7) präzisiert werden. Die $^1J(Sn-^{125}Te)$ Kopplungskonstante reagiert also drei mal empfindlicher auf Veränderungen in der Zusammensetzung der Heterocyclen als $^1J(Sn-^{77}Se)$. Damit erscheint der Unterschied zwischen $^1J(Sn-^{125}Te)$ in $[(CH_3)_3Sn]_2Te$ und $[(CH_3)_2SnTe]_3$ plausibel.

Erwartungsgemäß wird $^1J(Sn-X)$ sowohl von den Substituenten am beobachteten Sn^*-Atom (X_a und X_c vgl. Abb. 3.2.5) als auch vom entfernteren Substituenten X_b beeinflußt.

Jeder Chalkogenwechsel verursacht in allen Verbindungen eine Zunahme der Kopplungskonstanten um den gleichen Differenzbetrag. Damit wird es möglich, zu erwartende direkte Kopplungskonstanten für Cyclen mit drei unterschiedlichen Chalkogenatomen zu berechnen; berechnete Werte in Tab. 3.2.4 eingeklammert.

Ersetzt man X_c durch ein elektronegativeres

Chalkogen, so nimmt $^1J(Sn\text{-}X)$ immer zu (vgl. Spaltenwerte in Tab. 3.2.4). Dies kann mit dem zunehmenden 5s-Charakter der beobachteten $Sn^*\text{-}X_a$ Bindung erklärt werden. Tauscht man jedoch X_b gegen ein elektronegativeres Chalkogen, so kann stets für $^1J(Sn^*\text{-}X)$ eine Abnahme beobachtet werden (vgl. Reihenwerte in Tab. 3.2.4). Auch dieses Ergebnis verdeutlicht den Einfluß von $\alpha^2_{(Sn)}$ und $\alpha^2_{(X)}$ (vgl. Gl. 3.7). Das elektronegativere X_b (vgl. Abb. 3.2.5) führt zu einer Verringerung der Elektronegativitätsdifferenz zwischen dem benachbarten Sn-Atom und X_a auf Kosten von $\alpha^2_{(X_a)}$, und folglich wird $^1J(Sn\text{-}X)$ kleiner.

$^2J(^{119}Sn\text{-}X\text{-}^{119}Sn)$

Die Meßergebnisse sind in Tabelle 3.2.2 aufgelistet. Die Werte, die mit 200 bis 250 Hz in der Größenordnung von $^2J(Sn\text{-}C\text{-}Sn)$ Werten[114] liegen, werden sowohl von Änderungen in der Elektronenstruktur, als auch sterischen Effekten beeinflußt[114]. Für $[(CH_3)_2SnX]_3$ nimmt $^2J(Sn\text{-}X\text{-}Sn)$ von X=S über X=Se nach X=Te mit einer Abnahme des Winkels an X und mit einer Verringerung der Elektronegativitätsdifferenz monoton zu. Der gleiche Trend besteht bei den Hexamethyltrichalkogenatristanninanen mit unterschiedlichen Chalkogenatomen.

3.2.3 Experimentelles

^{1}H-NMR : Konzentration 0.5 mMol/ml C_6D_6; Glasröhrchen 5 mm Ø, interner Standard TMS

60 MHz : A60 (Varian), CW-Betrieb, 35°C

90 MHz : *8 WH90 (Bruker-Physik), Puls-FT-Betrieb, 25°C, digitale Auflösung 0.3 Hz, 500 Pulse

Heterokerne: Konzentration 1mMol/2ml C_6D_6; Glasröhrchen 10 mm Ø,

^{13}C-NMR : interner Standard C_6D_6 = 128 ppm rel TMS

*8 WH90 (Bruker-Physik), Puls-FT-Betrieb, 25°C, digitale Auflösung 1.5 Hz, ca. 30 000 Pulse

^{A}X-NMR : externer Standard $(CH_3)_2X$

WP80DS (Bruker Physik), Puls-FT-Betrieb, 25°C, ^{1}H-Entkopplung, digitale Auflösung: 0.5 Hz für ^{77}Se, 0.6 Hz für ^{125}Te, ca. 4000 Pulse

^{119}Sn-NMR : interner Standard $(CH_3)_4Sn$ oder externer Standard $(CH_3)_4Sn$

WP80DS (Bruker Physik), Puls-FT-Betrieb, 25°C, ^{1}H-Entkopplung, digitale Auflösung 0.6 Hz, ca. 4000 Pulse

**9 HFX-90 (Bruker Physik), Puls-FT-Betrieb, 35°C, ^{1}H-Entkopplung, digitale Auflösung 3Hz, ca. 30 000 Pulse

$J(^{119}Sn\text{-}X\text{-}^{119}Sn) = 1.0465 \times J(^{119}Sn\text{-}X\text{-}^{117}Sn)$

*8 Institut f. Organische Chemie Universität Mainz, IV. Ordinariat Prof. Fahr

**9 Prof. Mitchell im Lehrstuhl f. Organische Chemie I, Universität Dortmund

4. Eigenschaften im festen Zustand

4.1 Röntgenstrukturanalysen

4.1.1 Hexamethyltrichalkogenatristanninane

(Sechsringsysteme mit Twist-Wanne-Konformation)

In der Literatur beschriebene Röntgenstrukturanalysen sind in den Übersichten Abschnitt 1.2 unter "zusätzliche Daten" mit der Bezeichnung "Struktur" gekennzeichnet. MENZEBACH und BLECKMANN[111] beschreiben die Kristallstruktur einer tetragonalen Modifikation, sowie JACOBSEN und KREBS[76,77] die Kristallstruktur einer monoklinen Modifikation des Hexamethyltrithiatristanninans. Die tetragonale Modifikation wandelt sich beim Erhitzen auf 100-110° C irreversibel in die monokline Modifikation um[76,77].

Debye-Scherrer-Aufnahmen einer früheren Arbeit[15] ergaben, daß die tetragonale Modifikation des Hexamethyltrithiatristanninans mit der analogen Selenverbindung isostrukturell ist. Die Kristallstruktur des tetragonalen Hexamethyltriselenatristanninans ist durch zwei unabhängig durchgeführte Röntgenstrukturanalysen, eine von JACOBSEN und KREBS[76] und eine von DRÄGER und BLECHER (für diese Arbeit) bestimmt und gemeinsam veröffentlicht worden[46]. Eine monokline Modifikation konnte bisher nicht gefunden werden. Bei der Röntgenstrukturanalyse des Hexamethyltritelluratristanninans handelt es sich, soweit aus der Literatur ersichtlich, um die erste Strukturbestimmung einer Organozinn-Tellurverbindung[17].

Die Kristalldaten der Hexamethyltrichalkogenatristanninane sind in Tabelle 4.1.1. zusammengefaßt.

Tabelle 4.1.1 Kristalldaten der Hexamethyltrichalkogenatristanninane

	$[(CH_3)_2SnS]_3$		$[(CH_3)_2SnSe]_3$	$[(CH_3)_2SnTe]_3$
Literatur	76,77	111	diese Arbeit	diese Arbeit
Kristallklasse	monoklin	tetragonal	tetragonal	orthorhombisch
Raumgruppe	$P2_1/c$	$P4_1$ *10	$P4_12_12$	$Pnam/Pna2_1$ **11
a (pm)	740.9(3)	968.5(3)	986.5(2)	1314.2(3)
b (pm)	1298.7(5)			995.6(3)
c (pm)	1934.6(7)	1730.2(4)	1769.7(4)	4040.5(8)
β (^{o})	116.97(3)			
V (10^6 pm^3)	1659	1598	1722	5290
Molmasse	542.47		683.2	829.7
	$(C_6H_{18}S_3Sn_3)$		$(C_6H_{18}Se_3Sn_3)$	$(C_6H_{18}Sn_3Te_3)$
Z	4	4	4	12
$d_{rönt}$ (g cm^{-3})	2.172	2.22	2.63	3.12(-160°C)
d_{exp} (")	2.15(2)	2.19	2.61(2)	2.92(5) (25°C)
μ (cm^{-1})	48.2		110.7	91.0

*10 Diese Raumgruppe ist offensichtlich falsch, tatsächliche Raumgruppe $P4_12_12$ (siehe unten)

**11 Beide Raumgruppen haben das gleiche Diffraktionssymbol und sind a priori nicht voneinander unterscheidbar. Auch die Intensitätsstatistik brachte kein eindeutiges Ergebnis; die Verfeinerung wies auf das tatsächliche Vorliegen der zentrosymmetrischen Raumgruppe Pnam hin (siehe unten).

4.1.1.1 Hexamethyltriselenatristanninan

Zur Intensitätmessung diente eine gut ausgebildete tetragonale Bipyramide mit Höhe 0.65mm und Kantenlänge 0.37mm (Flächenausbildung {101}). Vermessen wurde 1/8 des reziproken Raumes bis $\sin\theta/\lambda = 0.70 \times 10^{-2}$ pm^{-1} auf einem ENRAF-NONIUS CAD 4 - Diffraktometer ($\omega/2\theta$ - scan, Mo-Strahlung, Graphitmonochromator, λ = 71.069 pm). Ein Intensitätsabfall um 12% während der Messung (der Kristall färbte sich schwach rosa) wurde linear korrigiert. Nach Durchführung der Lorentz- und Polarisationsfaktor-Korrekturen, Absorptionskorrektur [28] und Mittelung resultierten 2862 unabhängige Reflexe (1307 $< 2\sigma(I)$, unmeßbar schwach) für Raumgruppe $P4_1$, bzw. 1534 unabhängige Reflexe (831 $< 2\sigma(I)$, unmeßbar schwach) für Raumgruppe $P4_12_12$.

Die Lösung der Struktur erfolgte aus einer zugespitzten Patterson-Synthese. Da die für Hexamethyltriselenatristanninan bestimmte Raumgruppe $P4_12_12$ und das Ergebnis der Debye-Scherrer-Aufnahmen einer früheren Arbeit[15] nicht mit der von MENZEBACH [111] ermittelten Raumgruppe $P4_1$ für das tetragonale Hexamethyltrithiatristanninan übereinstimmten, wurde unabhängig in den Raumgruppen $P4_1$ und $P4_12_12$ verfeinert. (Streufaktoren für Sn, Se, C nach [33], Dispersionsfaktoren nach [34], Gewichtsetzung nach der Zählstatistik und einem zusätzlichen winkelabhängigen Faktor A $(\sin^2\theta/\lambda^2)^B$ mit Konstanten A und B zur Erhaltung gleicher Mittelwerte von $w|F|^2$ in allen Intensitäts- und Winkelbereichen, Reflexe mit $I < 2\sigma(I)$ Gewicht 0).

Die Verfeinerung in der Raumgruppe $P4_1$ führte zu R = 0.0693 *12 und R_ω = 0.0849 **13 (108 Parameter bei 1555 Observablen) und in der Raumgruppe $P4_12_12$ zu R = 0.0530 und R_ω = 0.0620) (56 Parameter bei 703 Observablen). Ferner weisen alle Parameter in der Raumgruppe $P4_12_12$ kleinere Standardabweichungen auf als in der Raumgruppe $P4_1$. Damit ist das tatsächliche Vorliegen der Raumgruppe $P4_12_12$ erwiesen. Auch die von MENZEBACH und BLECKMANN [111] angegebenen unabhängigen Parameter für das Vorliegen der Raumgruppe $P4_1$ beim Hexamethyltrithiatristanninan passen konsistent auf die Raumgruppe $P4_12_12$, so daß auf Grund der Ergebnisse der Debye-Scherrer-Aufnahmen [15] auch für die tetragonale heteroanalog Schwefelverbindung die Raumgruppe $P4_12_12$ angenommen werden muß.

Die Tabellen 4.1.2 und 4.1.3 enthalten die endgültigen Lage- und Temperaturparameter für Sn, Se und C. Versuche zur Bestimmung der Lage der H-Atome wurden nicht unternommen. Die Strukturfaktoren sind im Anhang aufgelistet. Die Berechnungen erfolgten mit Hilfe eines lokalen FORTRAN Programmsystems [45] auf einer CDC - 3300 Rechenanlage im Rechenzentrum der Universität Mainz.

*12 R = konventioneller kristallographischer R-Wert

Definition: $R = \sum(||F_o| - |F_c||) / \sum |F_o|$

**13 R_ω = gewichteter R-Wert

Definition: $R_\omega = \left[\sum \omega \cdot (|F_o| - |F_c|)^2 / \sum \omega |F_o|^2\right]^{1/2}$

mit: F_o = beobachteter Strukturfaktor , ω = Gewicht

F_c = berechneter Strukturfaktor

Abb.4.1.1 Hexamethyltriselenatristanninan, Elementarzellen in Projektion auf die x-y- Ebene. (Zentrales Molekül gekennzeichnet)

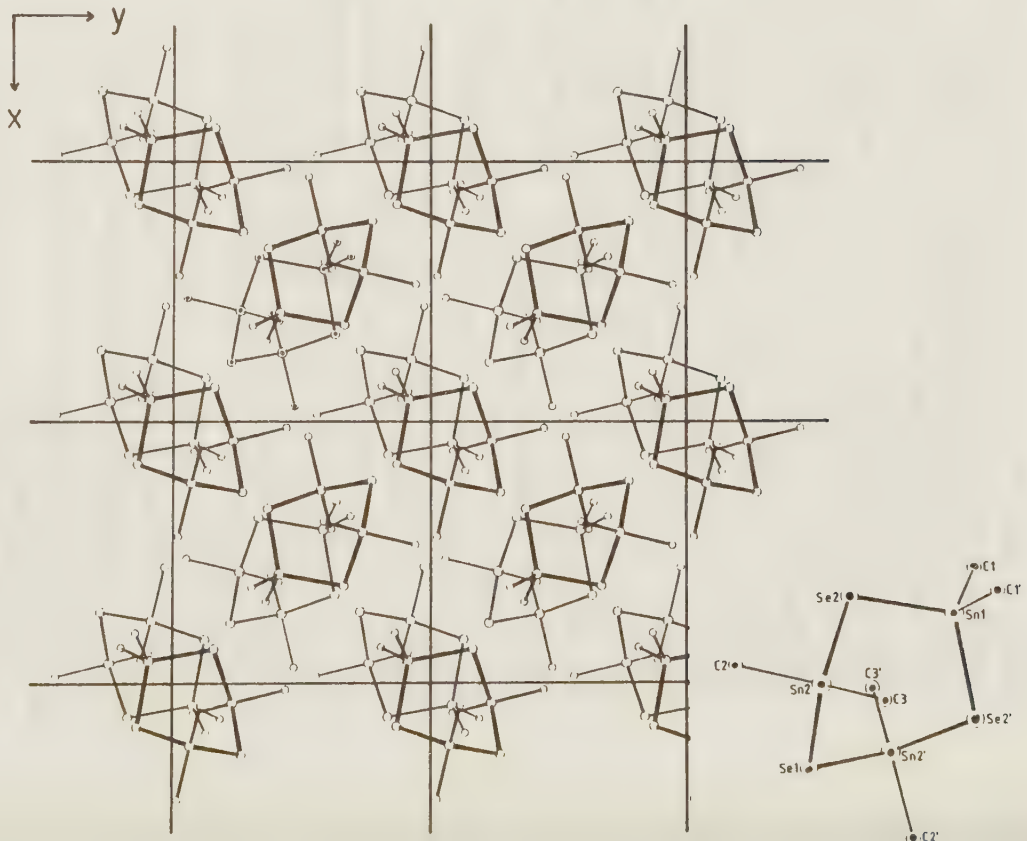


Tabelle 4.1.2

HEXAMETHYL-TRISELENATRISTANNINAN - LAGEPARAMETER (P4(1)2(1)2)

	X	Y	Z
SN1	0.08484(32)	0.08484	0.00000
SN2	0.37546(18)	0.23686(16)	0.40941(9)
SE1	0.27166(43)	0.27166	0.50000
SE2	0.37055(24)	0.33479(26)	0.26338(16)
C1	0.1301(47)	0.1354(58)	0.0984(32)
C2	0.0251(38)	0.4416(26)	0.3738(24)
C3	0.1151(27)	0.3868(35)	0.3266(14)

Tabelle 4.1.3

HEXAMETHYL-TRISELENATRISTANNINAN - TEMPERATURPARAMETER BETA*E+04 (P4(1)2(1)2) ***14

	BETA11	BETA22	BETA33	BETA12	BETA13	BETA23
SN1	113(2)	110	42(1)	-14(2)	4(1)	-4
SN2	119(1)	104(1)	36(1)	0(1)	0(1)	2(1)
SE1	124(4)	124	42(1)	-21(3)	-3(2)	3
SE2	110(2)	126(2)	45(1)	-17(2)	-6(1)	4(1)
C1	199(51)	307(81)	102(24)	7(53)	-77(33)	-57(38)
C2	140(39)	87(27)	87(19)	-5(25)	-15(23)	8(19)
C3	139(30)	204(40)	34(7)	-75(29)	8(13)	-25(16)

***14 anisotrope Temperaturkorrektur in der Form:

$$\exp -(\beta_{11}h^2+\beta_{22}k^2+\beta_{33}l^2+2\beta_{12}hk+2\beta_{13}hl+2\beta_{23}kl)$$

Abb. 4.1.1 zeigt eine Darstellung mehrerer Elementarzellen in Projektion auf die x-y-Ebene. Die Moleküle befinden sich auf zweizähligen Achsen (Diagonalen der ab-Ebene in z = 0, bzw. z = 1/4).

Das gefundene Molekül $[(CH_3)_2SnSe]_3$ bildet einen sechsgliedrigen Ring mit alternierenden Atomen Sn und Se und je zwei Methylsubstituenten an den Sn-Atomen.

Nach CREMER und POPLE [30] kann jeder Ring mit n-Ringatomen durch n-3 Ring-Faltungskoordinaten beschrieben werden. Zur Aufstellung dieser Faltungskoordinaten wird die Auslenkung jedes Kerns von einer mittleren Ringebene definiert. Die mittlere Ringebene ist so gewählt, daß sie durch das geometrische Zentrum des Ringes verläuft, das gleichzeitig Ursprung eines kartesischen Koordinatensystems ist. Die z-Achse steht senkrecht auf der mittleren Ringebene und die y-Achse verläuft durch die Projektion des Atoms 1 auf der mittleren Ebene.

Zur Definition allgemeiner Ringfaltungskoordinaten wird unterschieden, ob die Anzahl der Ringatome N mit $N > 3$ gerade oder ungerade ist. Für ungerade Ringgliederzahl definiert CREMER [30] einen Satz Ringfaltungskoordinaten q_m und ϕ_m mit den Amplituden $q_m > 0$ und den Phasenwinkeln ϕ_m $(0 \leq \phi \leq 2\pi)$

wobei $q_m \cos \phi_m = \sqrt{2/N} \sum_{j=1}^{N} z_j \cos \left[2\pi m(j-1)/N\right]$ 4.1.1

und $q_m \sin \phi_m = -\sqrt{2/N} \sum_{j=1}^{N} z_j \sin \left[2\pi m(j-1)/N\right]$ 4.1.2

mit $m = 2,3,\ldots, (N-1)/2$

und z_j = Auslenkung der einzelnen Ringatome von der mittleren Ringebene

dabei ist: $\sum_{j=1}^{N} z_j = 0$ und zusätzlich 4.1.3

$$\sum_{j=1}^{N} z_j \cos \left[2\pi(j-1)/N\right] = 0 \qquad 4.1.4$$

sowie $$\sum_{j=1}^{N} z_j \sin\left[2\pi(j-1)/N\right] = 0 \qquad 4.1.5$$

Ist die Anzahl (N) der Ringatome gerade, gelten die Koordinaten in 4.1.1 und 4.1.2 bis m = N/2 - 1 und es ergibt sich nur eine Faltungskoordinate:

$$\pm q_{N/2} = \sqrt{1/N} \sum_{j=1}^{N} z_j \cos[j-1]\pi = \sqrt{1/N} \sum_{j=1}^{N} (-1)^{j-1} z_j \qquad 4.1.6$$

Die Gesamtzahl der Ringfaltungskoordinaten ist N-3.
Die Gleichungen 4.1.1 bis 4.1.6 bilden einen Satz von N Lineargleichungen für N Auslenkung z_j. Damit kann z_j als Funktion von q_m und ϕ_m angegeben werden:
für N ungerade ist z_j:

$$z_j = \sqrt{2/N} \sum_{m=2}^{(N-1)/2} q_m \cos\left[\phi_m + 2\pi m(j-1)/N\right] \qquad 4.1.7$$

und für N gerade ist z_j:

$$z_j = \sqrt{2/N} \sum_{m=2}^{(N-2)/2} q_m \cos\left[\phi_m + 2\pi m(j-1)/N\right] +$$

$$+ \sqrt{1/N}\, q_{N/2}(-1)^{j-1} \qquad 4.1.8$$

Für die hier zu betrachtenden Sechsringe wird 4.1.8 zu

$$z_j = \sqrt{1/3} q_2 \cos\left[\phi_2 + {}^2/_3\pi(j-1)\right] + q_3(-1)^{j-1} \qquad 4.1.9$$

Damit ergeben sich nach 4.1.9 folgende Faltungsfreiheitsgrade:

1. die Faltungsamplitude q_3, 2. die Pseudorotations-Faltungsamplitude q_2 und 3. der Pseudorotationsphasenwinkel ϕ_2. Für die 3 Basiskonformationen eines Sechsrings sind folgende Ringfaltungskoordinaten zu erwarten

Wanne $q_3 = 0$; $q_2 > 0$ $\phi_2 = 0$

Twist-Wanne $q_3 = 0$; $q_2 > 0$ $\phi_2 = \frac{\pi}{2}$

Sessel $q_3 \neq 0$; $q_2 = 0$

Diese Faltungskoordinaten lassen sich durch einen sphärischen Polarkoordinatensatz (Q, θ, ϕ) ersetzen, Q wird als Gesamtfaltungsamplitude bezeichnet und θ ist ein Winkel mit $(0 \leq \theta \leq \pi)$ wobei:

$$q_2 = Q \sin\theta \qquad 4.1.10$$

$$q_3 = Q \cos\theta \qquad 4.1.11$$

Bei bekanntem Q können mit Hilfe dieses Koordinatensystems alle verschiedenartigen Faltungskonformationen eines Sechsrings auf der Oberfläche einer Kugel dargestellt werden (vgl. Abb. 4.1.2). Die Polpositionen mit $\theta = 0^0$ oder 180^0 sind der Sesselkonformation vorbehalten ($q_2 = 0$ und $q_3 = \pm Q$). Die Äquatorialebene mit $\theta = 90^0$ ($q_3 = 0$ und $q_2 = Q$) beschreibt mit wechselnden ϕ - Werten den Pseudorotationskreislauf zwischen Wanne (ω) und Twist-Wanne-Konformation (tω) (vgl. Abb. 4.1.2).

Die mit dem Rechenprogramm "Ring" [32] erhaltenen Faltungskoordinaten für Hexamethyltriselenatristanninan: $q_3 = 0$, $q_2 = 1.648$ $\phi_2 = 270^0$ bestätigen die Twist-Wanne Konformation, die auch aus den Torsionswinkeln (Tab. 4.1.4) zu entnehmen ist.

Abb. 4.1.2 Sphärische Darstellung verschiedener Sechsring-konformationen [30]

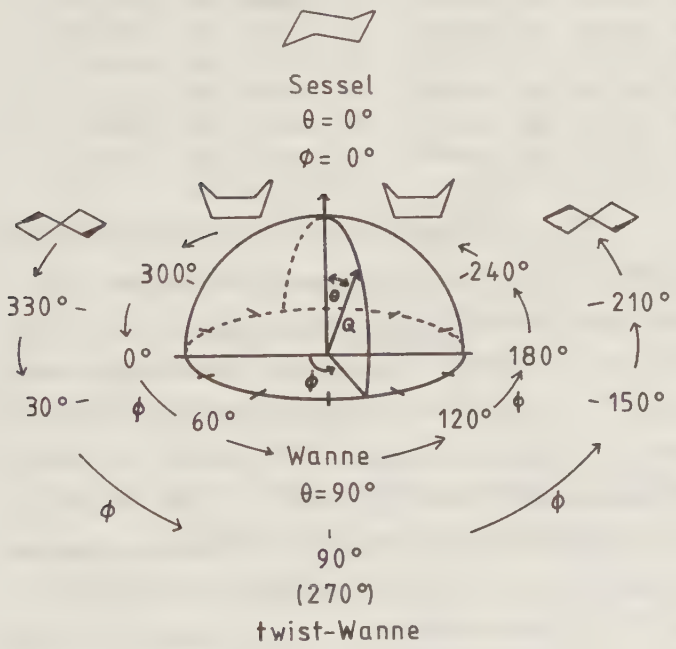


Tabelle 4.1.4 Hexamethyltriselenatristanninan: Torsionswinkel (in Grad)

Sn1	Se2-Sn2	Se1	-82.7(1)	C1	Sn1-Se2	Sn2	- 78.1(17)
Se2	Sn2-Se1	Sn2	+39.7(1)		-Se2'	Sn2'	+155.2(14)
Sn2	Se1-Sn2'	Se2'	+39.7(1)	C2	Sn2-Se2	Sn1	+168.2(11)
Se1	Sn2'-Se2'	Sn1	-82.7(1)		-Se1	Sn2'	+149.0(11)
Sn2'	Se2'-Sn1	Se2	+35.9(1)	C3	Sn2-Se2	Sn1	+ 40.1(8)
Se2'	Sn1-Se2	Sn2	+35.9(1)		-Se1	Sn2'	- 80.7(9)

Der Sechsring enthält eine zweizählige Achse und läßt sich durch die Punktgruppe C_2 beschreiben. Eine quantitative Beschreibung der Substituentenstellung ermöglichen die von CREMER [31] eingeführten Orientierungswinkel α und β. So läßt sich die Ringatom-Substituent-Bindung als Vektor $\vec{s}$ auffassen mit $\cos\alpha = \vec{s} \cdot \vec{n}$, wobei α der vertikale Orientierungswinkel und $\vec{n}$ ein Vektor ist, der senkrecht zur mittleren Ringebene, also parallel zur z-Achse des oben beschriebenen kartesischen Koordinatensystems verläuft (vgl. Abb. 4.1.3). Verschiedene Werte von α erlauben eine vertikale Einteilung in axial, äquatorial und isoklin, wobei CREMER [31] folgende Abstufung vorschlägt (vgl. Abb. 4.1.4)

$0^\circ \leq \alpha \leq 30^\circ$: t-g-ax (topside-geometrical-axial)

$30^\circ \leq \alpha \leq 60^\circ$: t-g-iso (" " -isoklin)

$60^\circ \leq \alpha \leq 90^\circ$: t-g-eq (" " -equatorial)

$90^\circ \leq \alpha \leq 120^\circ$: b-g-eq (bottomside-geometrical-equatorial)

$120^\circ \leq \alpha \leq 150^\circ$: b-g-iso

$150^\circ \leq \alpha \leq 180^\circ$: b-g-ax

t oder b bezeichnet, ob der Substituent oberhalb oder unterhalb der Ringebene zu finden ist.

Abb. 4.1.3 Orientierungswinkel α und β eines Substituenten R des Ringatoms M [31]

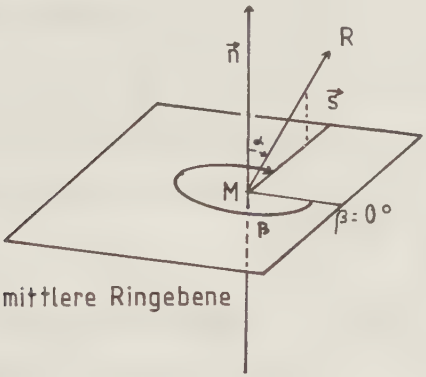
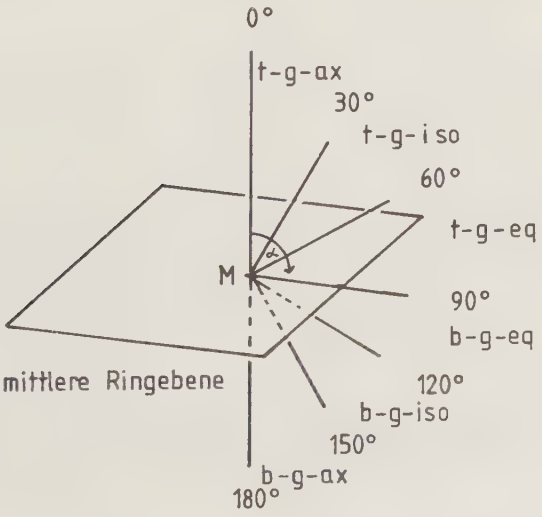


Abb. 4.1.4 Orientierung eines Substituenten R des Ringatoms M in Bezug auf die mittlere Ringebene bei verschiedenen Werten für α [31]



Zur Vervollständigung der Beschreibung wird ein zweiter horizontaler Orientierungswinkel β eingeführt, der die Richtung der Projektion der Substituenten auf die Ringebene angibt, wobei das entsprechende Ringatom M als Ursprung gewählt wird. Für β-Werte nahe 0° oder 360° weist der Substituent vom Ring weg, während er für β-Werte nahe 180° ins Ringzentrum weist (vgl. Abb. 4.1.3). In Tabelle 4.1.5 sind α und β Werte, sowie die Positionen der Methylsubstituenten am Hexamethyltriselenatristanninan aufgeführt.

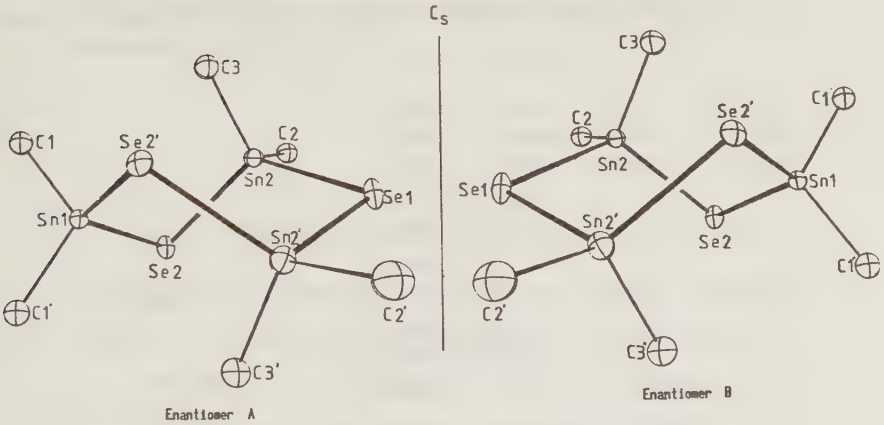
Tabelle 4.1.5 Orientierungswinkel der Methylsubstituenten des Hexamethyltriselenatristanninans

	α	β	Stellung
C 3	24.3	145.9	t-g-ax
C 2	99.1	357.4	t-g-eq
C 1'	35.6	333.5	t-g-iso
C 1	144.4	26.5	b-g-iso
C 3'	155.7	214.1	b-g-ax
C 2'	80.9	2.6	b-g-eq

Das Molekül ist chiral und kann in zwei Enantiomeren mit umgekehrter Vorzeichenfolge der Torsionswinkel vorkommen.
Die tetragonale Modifikation des Hexamethyltrithiatristanninans und des Hexamethyltriselenatristanninans enthält jeweils nur ein Enantiomer, so daß beim Auskristallisieren eine Enantiomerentrennung erfolgt sein muß. Der untersuchte Kristall ent-

hält nach dem Test der anomalen Dispersion [67] mit 99.5% Signifikanz das in Abb. 4.1.5 mit B gekennzeichnete Enantiomer.

Abb. 4.1.5 Hexamethyltriselenatristanninan



In der von JACOBSEN [76,77] beschriebenen monoklinen Modifikation des Hexamethyltrithiastanninans liegen dagegen auf Grund der Gleitspiegelebene der Raumgruppe $P2_1/c$ beide Enantiomere nebeneinander vor. Da eine spontane Enantiomerentrennung im Feststoff nicht möglich ist, muß die monokline Modifikation die thermodynamisch stabilere sein.

Die Abstände und Bindungswinkel des Hexamethyltriselenatristanninans sind in Tab. 4.1.6 aufgezeigt. Die Sn-Se Bindungen im Sechsring zeigen innerhalb ihrer Standardabweichungen keinen deutlichen Unterschied und stimmen mit den Abständen im

viergliedrigen Heterocyclus Tetra -t-butyldiselena-distannetan [127] im Hexamethyldiselenatristannolan [47] und im Tetramethylhexaselenatetrastannaadamantan (diese Arbeit) gut überein.

Tabelle 4.1.6 Hexamethyltriselenatristanninan: Abstände (in pm) und Bindungswinkel (in Grad)

Sn1-Se2	251.7(4)	Sn1-C1	209(5)		
Se2-Sn2	254.0(3)	Sn2-C2	217(3)		
Sn2-Se1	253.7(4)	Sn2-C3	212(3)		
Se2-Sn1-Se2'	110.6(2)	Se2-Sn1-C1	111.5(14)	C1-Sn1-C1'	117.1(30)
		-C1'	103.7(10)		
Se1-Sn2-Se2	107.8(1)	Se2-Sn2-C2	103.7(10)	C2-Sn2-C3	119.4(14)
		-C3	108.9(8)		
		Se1-Sn2-C2	103.2(10)		
		-C3	113.0(8)		
Sn1-Se2-Sn2	100.6(1)				
Sn2-Se1-Sn2'	101.1(2)				

Wegen der großen Standardabweichungen der relativ stark schwankenden Sn-C Bindungslängen erscheint eine eingehende Diskussion ihrer stereochemischen Inäquivalenz nicht ratsam. Die beiden Tetraeder um Sn(1) und Sn(2) sind jeweils nur wenig verzerrt und voneinander nicht sehr verschieden. Die endocyclischen Winkel am Sn weichen nicht stark vom Tetraederwinkel ab, während die exocyclischen Winkel zwischen den Methylgruppen gegenüber dem Tetraederwinkel aufgeweitet sind. Die C-Sn-Se Winkel fallen

in beiden Tetraedern deutlich in zwei Gruppen um 103° und um 111°. Die Winkel an den Se-Atomen sind mit 101° erheblich kleiner als der Tetraederwinkel. Diese Winkelverengung läßt sich mit dem Einfluß der freien Elektronenpaare am Selen diskutieren. Eine Verringerung der Ringspannung wird durch eine leichte Aufweitung der Se-Sn-Se Winkel erreicht. Sehr viel ausgeprägter ist dieser Effekt bei der anschließend zu beschreibenden heteroanalogen Tellurverbindung.

4.1.1.2 Hexamethyltritelluratristanninan

Zur Bestimmung der Reflexintensitäten diente eine flache Platte mit den Abmessungen 0.45 x 0.12 x 0.35 mm. Vermessen wurde ein Achtel des reziproken Raumes bis sin θ/λ = 0.62 x 10^{-2} pm^{-1} bei -160° C mit einem Vierkreisdiffraktometer CAD 4 (ENRAF - NONIUS, Delft) im $\omega/2\theta$-scan mit monochromatischer Mo-Strahlung (Graphit-Monochromator λ = 71.069 pm). Der Reflexverlauf der Standardreflexe (Meßinstabilität des Diffraktometers 0.011) zeigte einen unregelmäßigen Intensitätsabfall um 35% während der Messung, der mit einer Direktanpassung korrigiert wurde. Nach den üblichen Korrekturen (Lorentz- und Polarisationskorrektur, sowie Absorptionskorrektur mit μ = 91 cm^{-1}) resultierten 5219 Reflexe, 2312 davon waren $< 2\sigma$ (I) (unmeßbar schwach).

Nach der statistischen Phasenbestimmung (Annahme der azentrischen Raumgruppe $Pna2_1$) zeigte eine Fouriersynthese mit

E-Werten (normalisierte Strukturamplituden) alle 18 unabhängigen Schweratome (Sn, Te) der asymmetrischen Einheit. Mehrere Differenzfouriersynthesen ergaben die Lagen der C-Atome. Verfeinert wurde unabhängig in den Raumgruppen $Pna2_1$ und Pnam (vgl. Fußnote **11 zu Tabelle 4.1.1) mit isotropen Temperaturfaktoren für die C-Atome und anisotropen Temperaturfaktoren für Sn und Te. Die Verfeinerung konvergierte (alle Parameteränderungen $< 0.3\,\sigma$ im letzten Cyclus) bei einem R-Wert *14 von 0.0634 (gewichteter R-Wert 0.0874 *14; 221 verfeinerte Parameter bei 2907 Observablen) für die Raumgruppe $Pna2_1$ und einem R-Wert von 0.0902 *14 (gewichteter R-Wert 0.1325 *14; 131 verfeinerte Parameter bei 2907 Observablen) für die Raumgruppe Pnam Streufaktoren [33], Dispersionsfaktoren [34], Gewichtsetzung: $w = k/(\sigma^2|F| + g|F|^2)$ mit $k = 1$ und $g = 0.008$ für $Pna2_1$ und $k = 0.6534$ und $g = 0$ für Pnam). Versuche zur Bestimmung der Lage der H-Atome wurden nicht durchgeführt.

Beide Raumgruppen ergeben die gleiche Struktur mit deutlich niedrigen Standardabweichungen bei Pnam. Die Abbildungen 4.1.6 ($Pna2_1$) und 4.1.7 (Pnam) zeigen Darstellungen mehrerer Elementarzellen in Projektion auf die y-z-Ebene. Bei 12 Molekülen pro Elementarzelle befinden sich 3 unabhängige Moleküle in der asymmetrischen Einheit für $Pna2_1$, während in der Raumgruppe Pnam $1^1/_2$ unabhängige Moleküle vorhanden sind, d.h.

*14 R-Wert und gewichteter R-Wert vgl. Fußnoten *12 und **13 zu Abschnitt 4.1.1.1

daß ein Molekül eine Symmetrieebene besitzen sollte. Die Verfeinerung in der Raumgruppe $Pna2_1$ zeigte, daß die unabhängigen Moleküle 2 und 3 näherungsweise durch ein Symmetriezentrum miteinander verbunden sind und sich somit in der Raumgruppe Pnam durch ein einziges unabhängiges Molekül ersetzen lassen (Molekül 2). Von Molekül 1 liegen Sn 11, Te 11, Te 12 und Te 13 innerhalb der Standardabweichungen auf einer Symmetrieebene (bei z = $^1/_4$ bzw. $^3/_4$). Die Lagen der Ringatome Sn 12 und Sn 13 sowie alle C-Atome des Moleküls 1 gehorchen nicht der Raumgruppe Pnam, es sei denn, die Atomsätze Sn 12 (mit C 13, C 14) und C 12 einerseits und Sn 13 (mit C 15, C 16) und C 11 andererseits sind statistisch mit der Wahrscheinlichkeit $^1/_2$ rechts und links der Symmetrieebene angeordnet (vgl. Abb. 4.1.7).

Weissenberg-Aufnahmen bei -60° C zeigen diffuse order- disorder Verbreiterung der Reflexe und deuten damit auf statistische Unordnung und das Vorliegen der Raumgruppe Pnam hin.

Beide experimentellen Befunde (niedrigere Standardabweichungen bei der Verfeinerung und order-disorder-Streifen in den Weissenberg-Aufnahmen) beweisen, daß trotz des deutlich höheren R-Wertes, Pnam die tatsächliche Raumgruppe ist.

Die Tabellen 4.1.7 (Pnam) und 4.1.8 ($Pna2_1$) enthalten die entgültigen Lage- und Temperaturparameter. Die Strukturfaktoren sind im Anhang aufgelistet. Die Berechnungen erfolgten mit Hilfe des Programmsystems SHELX - 76 [154] und lokalen Programmen [45] auf einer HB - 66/80 Rechenanlage im Rechenzentrum der Universität Mainz.

Abb. 4.1.6 Hexamethyltritelluratristanninan ($Pna2_1$) Elementarzellen in Projektion auf die y-z-Ebene (asymmetrische Einheit gekennzeichnet)

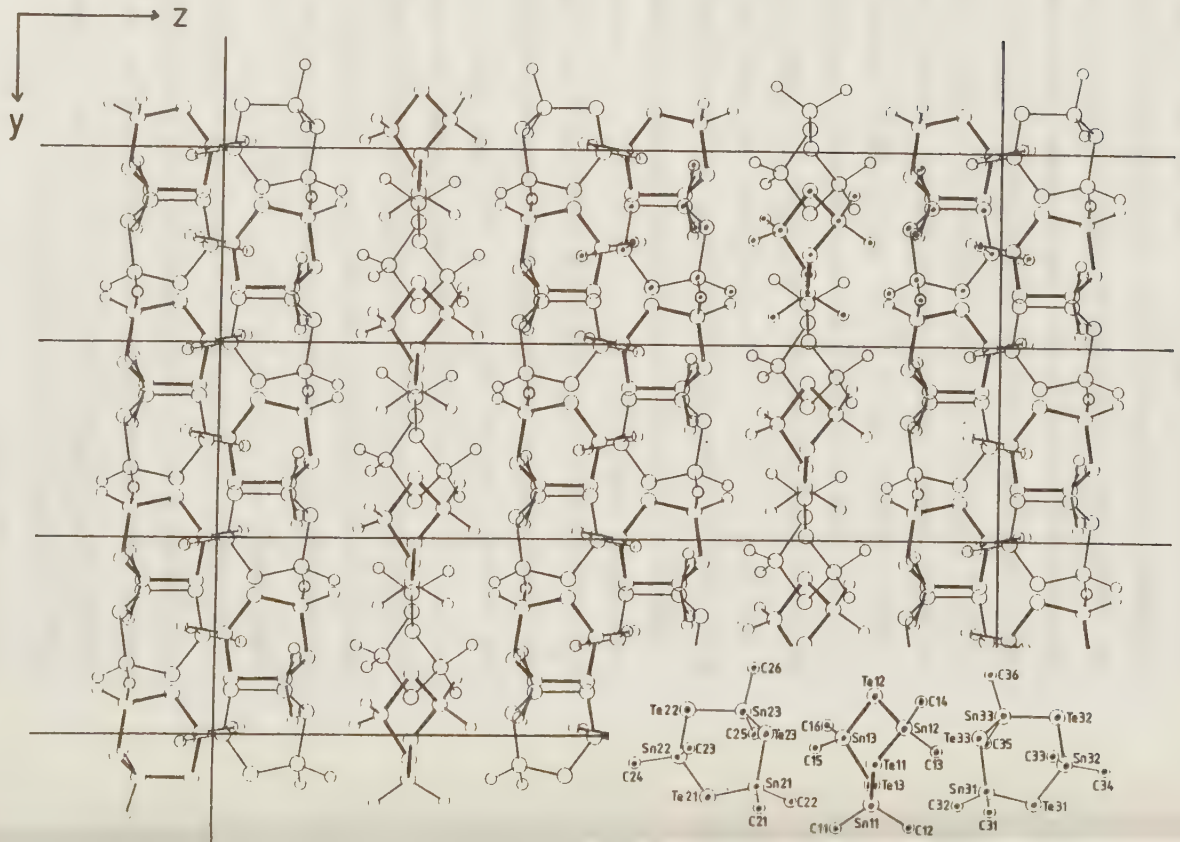


Abb. 4.1.7 Hexamethyltritelluratristanninan (Pnam) Elementarzellen in Projektion auf die y-z-Ebene (2 asymmetrische Einheiten gekennzeichnet)

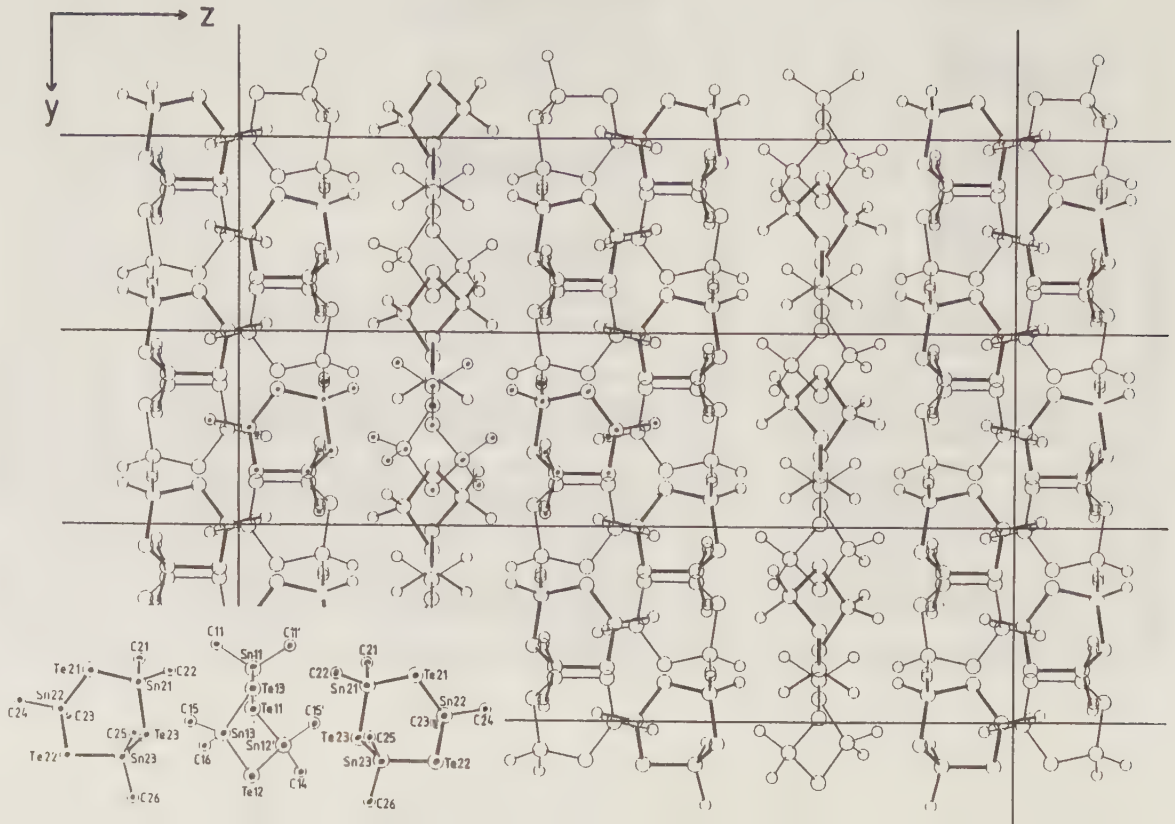


Tabelle 4.1.7 Lage- und Temperaturparameter

HEXAMETHYL-TRITELLURATRISTANNINAN (PMAM)

ATOM	x	y	z	U11	U22	U33	U23	U13	U12
SN11	0.1624(3)	0.2776(3)	0.25000	0.018(2)	0.013(1)	0.015(1)	0.0000	0.0000	0.000(1)
TE11	0.0172(3)	0.4743(3)	0.25000	0.012(2)	0.017(1)	0.031(2)	0.0000	0.0000	-0.000(1)
SN12	0.1255(5)	0.6548(4)	0.2116(1)	0.019(3)	0.014(2)	0.016(2)	0.001(1)	0.001(2)	0.002(2)
TE12	0.2540(3)	0.8092(3)	0.25000	0.018(2)	0.011(1)	0.036(2)	0.0000	0.0000	-0.003(1)
SN13	0.3235(5)	0.6003(4)	0.2132(1)	0.014(3)	0.018(2)	0.023(3)	0.003(1)	-0.002(2)	-0.001(2)
TE13	0.3593(3)	0.3755(3)	0.25000	0.013(2)	0.017(1)	0.019(1)	0.0000	0.0000	0.005(1)
SN21	0.2099(2)	0.6507(2)	0.60901(7)	0.011(1)	0.0137(9)	0.018(1)	-0.0017(8)	-0.002(1)	-0.001(1)
TE21	0.1128(2)	0.7030(2)	0.55060(6)	0.014(1)	0.0150(9)	0.017(1)	0.0001(8)	-0.002(1)	0.004(1)
SN22	0.2044(2)	0.5048(2)	0.51399(7)	0.012(1)	0.0116(9)	0.016(1)	0.0010(8)	-0.002(1)	0.000(1)
TE22	0.0911(2)	0.2768(2)	0.52378(6)	0.016(1)	0.016(1)	0.022(1)	-0.0019(8)	0.000(1)	-0.003(1)
SN23	0.0914(2)	0.2786(2)	0.59083(7)	0.016(1)	0.0120(9)	0.021(1)	0.0013(8)	-0.000(1)	0.001(1)
TE23	0.2615(2)	0.3865(2)	0.61883(7)	0.016(1)	0.017(1)	0.032(1)	0.0027(9)	-0.011(1)	0.003(1)
C11	0.1462(39)	0.1588(36)	0.2051(10)	0.024(5)					
C14	0.0069(81)	0.7854(74)	0.3097(20)	0.024(5)					
C15	0.2146(39)	0.5431(36)	0.1740(10)	0.024(5)					
C16	0.4767(81)	0.6620(77)	0.1920(21)	0.024(5)					
C21	0.3597(36)	0.7607(35)	0.6103(8)	0.020(3)					
C22	0.1112(36)	0.7080(33)	0.6477(9)	0.020(3)					
C23	0.3567(36)	0.4714(32)	0.5236(9)	0.020(3)					
C24	0.1789(36)	0.5423(34)	0.4640(10)	0.020(3)					
C25	-0.0429(36)	0.3933(34)	0.6056(10)	0.020(3)					
C26	0.0864(37)	0.0718(34)	0.6046(9)	0.020(3)					

Tabelle 4.1.8 Lage- und Temperaturparameter

HEXAMETHYL-TRITELLURATRISTANNINAN (PMA2/1)

ATOM	x	y	z	U11	U22	U33	U23	U13	U12
SN11	0.1628(2)	0.2780(2)	0.25000	0.016(1)	0.0133(9)	0.015(1)	-0.003(1)	-0.000(3)	0.001(1)
TE11	0.0170(2)	0.4741(2)	0.2523(2)	0.012(1)	0.015(1)	0.030(1)	0.001(1)	0.003(2)	0.000(1)
SN12	0.1255(2)	0.6555(2)	0.2886(1)	0.014(1)	0.012(1)	0.021(1)	-0.002(1)	-0.000(1)	0.002(1)
TE12	0.2541(2)	0.8090(2)	0.2517(2)	0.019(1)	0.0116(9)	0.031(1)	-0.001(1)	0.001(3)	-0.001(1)
SN13	0.3237(2)	0.6007(2)	0.2137(1)	0.014(1)	0.014(1)	0.025(1)	0.003(1)	-0.001(1)	-0.000(1)
TE13	0.3588(2)	0.3747(2)	0.2508(1)	0.011(1)	0.0170(9)	0.021(1)	-0.001(1)	-0.004(3)	0.002(1)
SN21	0.2077(3)	0.6503(3)	0.6091(1)	0.009(2)	0.014(1)	0.019(2)	0.001(1)	0.001(2)	-0.000(2)
TE21	0.1103(3)	0.7032(3)	0.5504(1)	0.007(2)	0.018(1)	0.011(2)	-0.002(1)	-0.006(2)	0.005(1)
SN22	0.2015(3)	0.5055(3)	0.5143(1)	0.006(2)	0.010(1)	0.014(2)	0.000(1)	-0.006(2)	0.001(1)
TE22	0.0879(3)	0.2778(3)	0.5233(1)	0.012(2)	0.014(1)	0.012(2)	-0.001(1)	-0.003(2)	0.000(1)
SN23	0.0875(4)	0.2792(3)	0.5911(1)	0.012(2)	0.012(1)	0.020(2)	0.000(1)	0.003(2)	0.001(2)
TE23	0.2584(4)	0.3867(3)	0.6192(1)	0.016(2)	0.017(1)	0.036(3)	0.002(1)	-0.007(2)	0.004(2)
SN31	0.2873(3)	0.1502(3)	0.3912(1)	0.012(2)	0.011(1)	0.016(2)	0.003(1)	-0.002(2)	0.002(2)
TE31	0.3845(4)	0.2028(3)	0.4492(1)	0.019(2)	0.008(1)	0.025(2)	-0.000(1)	0.002(2)	-0.002(1)
SN32	0.2921(3)	0.0044(3)	0.4862(1)	0.010(2)	0.014(1)	0.015(2)	0.001(1)	0.005(2)	0.000(1)
TE32	0.4051(3)	-0.2262(3)	0.4759(1)	0.013(2)	0.014(2)	0.024(2)	0.003(1)	0.001(2)	0.005(1)
SN33	0.4052(4)	-0.2220(3)	0.4092(1)	0.012(2)	0.009(1)	0.023(2)	-0.002(1)	-0.002(2)	-0.001(2)
TE33	0.2349(4)	-0.1133(3)	0.3815(1)	0.014(2)	0.015(1)	0.029(2)	-0.004(1)	-0.011(2)	-0.002(2)
C11	0.1540(44)	0.1538(47)	0.2071(13)	0.020(4)					
C12	0.1320(46)	0.1667(47)	0.2964(13)	0.020(4)					
C13	0.2181(50)	0.5422(47)	0.3285(13)	0.020(4)					
C14	0.0043(46)	0.7850(43)	0.3088(12)	0.020(4)					
C15	0.2092(51)	0.5481(46)	0.1804(12)	0.020(4)					
C16	0.4723(45)	0.6586(47)	0.1947(12)	0.020(4)					
C21	0.3482(40)	0.7527(41)	0.6135(10)	0.013(4)					
C22	0.1054(44)	0.7169(40)	0.6512(12)	0.013(4)					
C23	0.3609(51)	0.4673(46)	0.5260(14)	0.013(4)					
C24	0.1820(45)	0.5431(43)	0.4603(12)	0.013(4)					
C25	-0.0427(42)	0.3888(41)	0.6051(11)	0.013(4)					
C26	0.0793(42)	0.0675(41)	0.6022(12)	0.013(4)					
C31	0.1274(48)	0.2469(49)	0.3955(12)	0.020(5)					
C32	0.3777(52)	0.2206(46)	0.3555(13)	0.020(5)					
C33	0.1620(58)	-0.0333(53)	0.4716(16)	0.020(5)					
C34	0.3289(52)	0.0344(49)	0.5348(14)	0.020(5)					
C35	0.5329(48)	-0.0906(49)	0.3887(13)	0.020(5)					
C36	0.4031(49)	-0.4244(49)	0.3930(14)	0.020(5)					

*15 anisotrope Temperaturkorrektur in der Form

$$\exp\left[-2\pi^2(U_{11}h^2a^{*2} + U_{22}k^2b^{*2} + U_{33}l^2c^{*2} + 2U_{12}hka^*b^* + \right.$$

$$\left. + 2U_{13}hla^*c^* + 2U_{23}klb^*c^*)\right]$$

Die Molekülstruktur des gefundenen $[(CH_3)_2SnTe]_3$ paßt konsistent in die homologe Reihe der Hexaorganyltrichalkogenatristanninane. Die alternierend angeordneten drei Tellur- und drei Zinnatome bilden einen sechsgliedrigen Ring, der an jedem Zinnatom mit je zwei Methylgruppen substituiert ist. Die Konformation des Sechsrings ist aus den Torsionswinkeln (Tab. 4.1.9) und den Ring-Faltungskoordinaten (vgl. Abschnitt 4.1.1.1) ersichtlich (Tab. 4.1.10).

Tabelle 4.1.9 Hexamethyltritelluratristanninan: Torsionswinkel (in Grad)

Raumgruppe	Pnam		$Pna2_1$		
Molekül	1	2	1	2	3
Sn1 Te1-Sn2 Te2	+85.9(2)	+86.2(1)	+83.6(2)	+86.7(3)	+85.8(3)
Te1 Sn2-Te2 Sn3	-44.5(3)	-52.3(1)	-43.3(2)	-52.6(3)	-51.9(3)
Sn2 Te2-Sn3 Te3	-41.2(3)	-31.2(1)	-41.8(2)	-31.3(2)	-31.3(2)
Te2 Sn3-Te3 Sn1	+64.1(2)	+78.0(1)	+84.6(2)	+77.8(3)	+78.4(3)
Sn3 Te3-Sn1 Te1	-33.3(1)	-37.4(2)	-36.0(3)	-37.4(4)*	-37.7(4)
Te3 Sn1-Te1 Sn2	-34.2(1)	-30.9(2)	-30.9(3)	-31.0(3)	-30.9(3)
C1 Sn1-Te1 Sn2	-152.6(12)	+ 86.2(10)	-151.7(16)	+ 87.7(13)	+ 79.4(13)
-Te3 Sn3	+ 86.3(11)	-157.5(10)	+ 89.5(14)	-161.0(13)	-151.4(13)
C2 Sn1-Te1 Sn2	+ 84.1(12)	-150.8(10)	+ 86.8(15)	-152.5(12)	-155.9(16)
-Te3 Sn3	-153.0(11)	+ 82.5(13)	-149.0(14)	+ 84.1(15)	+ 83.9(20)
C3 Sn2-Te1 Sn1	+ 35.7(13)	- 38.2(12)	- 38.6(16)	- 36.5(16)	- 32.9(18)
-Te2 Sn3	- 76.7(11)	+ 74.9(12)	+ 76.7(13)	+ 73.7(16)	+ 69.7(19)
C4 Sn2-Te1 Sn1	+157.1(22)	-165.1(13)	-159.5(13)	-163.2(15)	-170.0(19)
-Te2 Sn3	+158.4(26)	-166.1(12)	-156.3(15)	-162.6(14)	-163.4(18)
C5 Sn3-Te3 Sn1	- 39.3(13)	- 41.4(11)	- 32.7(17)	- 41.6(14)	- 43.0(14)
-Te2 Sn2	+ 79.4(12)	+ 90.4(11)	+ 74.0(15)	+ 90.8(13)	+ 85.2(15)
C6 Sn3-Te3 Sn1	-158.9(22)	-165.0(12)	-159.3(14)	-166.9(15)	-164.8(17)
-Te2 Sn2	-157.4(24)	-148.9(14)	-156.6(15)	-149.6(15)	-148.2(19)

Tab. 4.1.10 Hexamethyltritelluratristanninan-
-Ringfaltungskoordinaten

Pnam

Molekül 1: q_3 = -0.031 q_2 = 1.775 Φ_2 = 90.77 θ_2 = 91.00

Molekül 2: q_3 = -0.082 q_2 = 1.777 Φ_2 = 96.87 θ_2 = 92.83

$Pna2_1$

Molekül 1: q_3 = 0.027 q_2 = 1.745 Φ_2 = 90.98 θ_2 = 89.12

Molekül 2: q_3 = -0.076 q_2 = 1.776 Φ_2 = 96.62 θ_2 = 92.46

Molekül 3: q_3 = -0.082 q_2 = 1.785 Φ_2 = 96.34 θ_2 = 92.83

Der Heterocyclus läßt sich näherungsweise durch die Punktgruppe C_2 beschreiben, mit einer zweizähligen Drehachse durch Te (2) und Sn (1). Das Molekül besitzt in etwa Twist-Wanne Konformation und ist chiral. Der untersuchte Kristall enthält beide in Abb. 4.1.8 dargestellten Enantiomere A und B. Die sich aus dem vertikalen Orientierungswinkel (α) und horizontalen Orientierungswinkel (β) (vgl. Abschnitt 4.1.1.1) ergebende Stellung der Methylsubstituenten ist in Tabelle 4.1.11 aufgelistet.

Abb. 4.1.8 Hexamethyl tritelluratristanninan

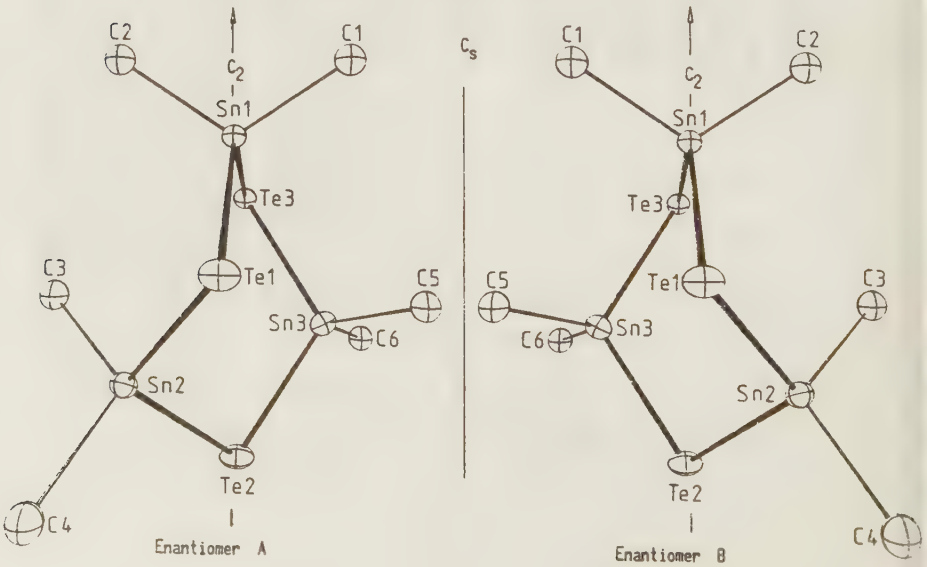


Tabelle 4.1.11 Hexamethyltritelluratristanninan: Orientierungswinkel der Methylsubstituenten

Pnam

Molekül	1			2		
Orientierungswinkel	α	β	Stellung	α	β	Stellung
C1	139.2	328.1	b-g-iso	41.5	23.6	t-g-iso
C2(C1')	38.6	28.5	t-g-iso	143.7	327.0	b-g-iso
C3(C5')	28.8	201.6	t-g-ax	24.3	194.5	t-g-ax
C4	87.5	356.8	t-g-eq	87.7	4.6	t-g-eq
C5	151.8	151.3	b-g-ax	157.7	150.0	b-g-ax
C6	92.2	1.4	b-g-eq	85.8	355.8	t-g-eq

$Pna2_1$

Molekül	1			2					
Orientierungswinkel	α	β	Stellung	α	β	Stellung	α	β	Stellung
C1	135.6	326.7	b-g-iso	42.9	19.1	t-g-iso	35.2	29.5	t-g-iso
C2	40.8	37.2	t-g-iso	142.2	329.0	b-g-iso	142.8	335.1	b-g-iso
C3	27.5	201.4	t-g-ax	26.0	193.3	t-g-ax	29.8	191.4	t-g-ax
C4	89.3	356.0	t-g-eq	84.9	5.0	t-g-eq	91.6	7.2	b-g-eq
C5	147.6	158.6	b-g-iso	158.3	150.4	b-g-ax	152.1	138.8	b-g-ax
C6	90.6	1.5	b-g-eq	85.8	352.3	t-g-eq	84.3	359.0	t-g-eq

Tabelle 4.1.12 Hexamethyltritelluratristanninan: Abstände (in pm)

Raumgruppe	Pnam		$Pna2_1$		
Molekül	1	2	1	2	3
Sn1-Te1	273.6(6)	273.3(4)	273.8(4)	274.7(9)	271.9(10)
Te1-Sn2	276.8(6)	274.6(4)	273.1(7)	273.0(7)	275.9(8)
Sn2-Te2	275.9(7)	274.5(4)	272.4(7)	274.0(6)	275.1(6)
Te2-Sn3	271.7(6)	270.9(4)	273.8(7)	273.8(11)	269.5(11)
Sn3-Te3	272.9(6)	272.6(4)	274.5(7)	273.5(8)	272.5(8)
Te3-Sn1	276.6(6)	274.8(3)	275.1(4)	273.9(6)	274.4(5)
Mittlerer Sn-Te-Abstand:	274.0(20) pm			273.6(14) pm	
Sn1-C1	218(4)	226(5)	213(5)	212(5)	232(6)
-C2	218(4)	211(4)	222(5)	227(5)	200(6)
Sn2-C3	222(4)	207(5)	232(6)	218(7)	209(8)
-C4	221(9)	208(4)	221(5)	223(5)	204(6)
Sn3-C5	221(5)	219(4)	209(6)	211(5)	228(6)
-C6	227(10)	214(4)	218(6)	216(4)	212(5)
Mittlerer Sn-C-Abstand:	218(7) pm			217(9) pm	

Tabelle 4.1.13 Hexamethyltritelluratristanninan: Bindungswinkel (in Grad)

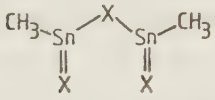
Raumgruppe	Pnam		$Pna2_1$		
Molekül	1	2	1	2	3
Te1-Sn1-Te3	113.6(2)	115.0(1)	113.9(1)	115.2(3)	115.2(3)
Te1-Sn2-Te2	111.3(2)	106.3(1)	113.6(3)	106.7(3)	105.9(3)
Te2-Sn3-Te3	112.9(2)	114.3(1)	111.9(3)	114.5(3)	114.4(3)
Mittlerer Te-Sn-Te-Winkel:	112.3(32)°			112.4(36)°	
Sn1-Te1-Sn2	96.1(2)	97.1(1)	97.2(2)	96.8(2)	97.0(2)
Sn2-Te2-Sn3	94.9(2)	97.9(1)	95.1(2)	97.5(3)	98.3(3)
Sn3-Te3-Sn1	97.4(2)	96.6(1)	97.1(2)	96.6(2)	96.7(2)
Mittlerer Sn-Te-Sn-Winkel:	96.7(11)°			96.9(9)°	
C1-Sn1-Te1	108.7(12)	109.6(9)	113.8(15)	112.7(12)	109.3(13)
-Te3	106.5(13)	104.3(10)	105.4(16)	103.8(12)	100.4(13)
C2-Sn1-Te1	108.7(12)	107.6(12)	101.6(15)	108.4(14)	106.0(18)
-Te3	106.5(13)	107.7(9)	109.6(16)	108.3(11)	112.5(14)
C3-Sn2-Te1	109.2(10)	116.0(10)	109.6(13)	115.6(14)	113.0(17)
-Te2	110.0(13)	111.4(10)	109.2(15)	110.5(13)	108.5(15)
C4-Sn2-Te1	103.9(25)	108.1(11)	102.1(13)	110.6(13)	108.1(16)
-Te2	108.9(22)	101.6(11)	108.3(13)	102.0(13)	98.0(16)
C5-Sn3-Te2	106.9(10)	110.1(11)	108.1(15)	105.3(13)	111.6(14)
-Te3	111.3(11)	106.0(11)	105.5(13)	110.7(13)	103.1(15)
C6-Sn3-Te2	105.9(22)	107.3(13)	107.3(13)	101.7(14)	107.4(16)
-Te3	107.2(20)	104.3(11)	105.1(13)	109.7(15)	104.0(17)
C1-Sn1-C2	112.9(20)	112.8(15)	112.3(19)	108.3(18)	116.6(21)
C3-Sn2-C4	113.5(25)	111.7(17)	114.0(19)	110.6(22)	121.3(26)
C5-Sn3-C6	112.0(25)	114.1(16)	119.3(21)	114.2(20)	116.3(22)
Mittlerer C-Sn-C-Winkel:	112.3(9)°			114.8(40)°	

Die Abstände und Bindungswinkel des Hexamethyltritelluratristanninans sind in Tabelle 4.1.12 und in Tabelle 4.1.13 aufgezeigt. Da bisher keine weiteren Strukturbestimmungen von Organo-Zinn-Tellur-Verbindungen existieren, sind Vergleiche der Sn-Te-Abstände und der Winkel im Ring mit Literaturwerten

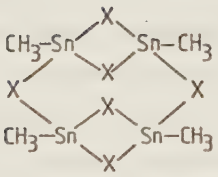
nicht möglich. Der Zinn-Tellur Abstand liegt im Bereich zwischen 271 und 277 pm um den Mittelwert von 274 pm und entspricht somit etwa der Summe der kovalenten Radien (Sn: 140 pm, Te: 137 pm [P2] . Die Sn-C-Abstände weisen noch größere Schwankungen auf als beim selenanalogen Sechsring, mit etwa vergleichbar hohen Standardabweichungen. Die Te-Sn-Te-Winkel im Ring sowie die exocyclischen C-Sn-C-Winkel sind zum Teil beträchtlich größer als der ideale Tetraederwinkel. Für die C-Sn-Te-Winkel läßt sich keine eindeutige Tendenz feststellen. Die Winkel an den Tellur-Atomen sind mit 96.7° im Bezug auf den Tetraederwinkel ganz erheblich gestaucht, wobei die bei den entsprechenden Schwefel- und Selenverbindungen beobachtete Winkelverengung noch eingehender verdeutlicht wird. Die parallel hierzu auftretende Aufweitung der Winkel am Zinn führt zu einer Verringerung der Ringspannung. Die Annäherung des Sn-X-Sn-Winkels (X = S, Se, Te) an 90° kann mit dem zunehmenden p-Charakter der Sn-X-Bindungshybridorbitale (X = S < Se < Te) erklärt werden. Würde das Chalkogenatom reine p-Orbitale zur Bindungsbildung benutzen, wäre ein Ideal-Winkel von 90° zu erwarten, der durch die elektrostatische Abstoßung der Sn-Atome leicht aufgeweitet wird. Mössbauer-Daten (Abs. 4.2) und Kernresonanzspektren (Abs. 3.2) können zur Festigung dieser Deutung herangezogen werden.

4.1.2 Tetramethylhexachalkogenatetrastannaadamantane
(Moleküle mit Adamantangerüststruktur)

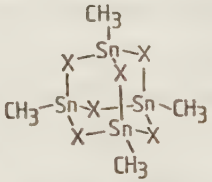
PFEIFFER und LEHNARDT[121] schlagen 1903 für die Methylthiostannonsäure die Struktur (I) vor. Später werden die Strukturvorschläge (II) und (III)[43,88] diskutiert.



I



II



III

X=S,Se

Nach einer von KOBELT u.a.[87] durchgeführten Röntgenstrukturanalyse besitzt Bis(bis(methylzinn)trisulfid) eine adamantanartige Struktur (III), die auch für andere heteroanaloge Verbindungen der 4. Hauptgruppe bestimmt werden konnte: $(CH_3Si)_4S_6$ [12,13], $(CH_3Ge)_4S_6$ [14]. Durch mehrwöchige Extraktion der analogen Selenverbindung mit Benzol in einer Apparatur nach Soxhlet konnten kleine Kristalle isoliert werden, die eine Röntgenstrukturanalyse ermöglichten und die gleiche Molekülstruktur ergaben.

Die Kristalldaten der 1.3.5.7-Tetramethyl-2.4.6.8.10-hexachalkogena-1.3.5.7-tetrastanna-adamantane sind in Tabelle 4.1.14 zusammengefaßt.

Tabelle 4.1.14 Kristalldaten der Tetramethylhexachalkogenatetrastanna-adamantane

	$(CH_3Sn)_4S_6$	$(CH_3Sn)_4Se_6$
Literatur	43,87	diese Arbeit
Kristallklasse	monoklin	triklin
Raumgruppe	C2/c	$P\bar{1}$
a (pm)	977.2(6)	914.7(2)
b (pm)	1735.1(6)	1049.5(2)
c (pm)	1095.8(5)	1050.8(2)
α (°)		85.60(2)
β (°)	108.98(4)	89.83(2)
γ (°)		65.71(3)
V (10^6pm^3)	1757	916
Mol.Masse	727.28	1008.66
	$(C_4H_{12}S_6Sn_4)$	$(C_4H_{12}Se_6Sn_4)$
Z	4	2
$d_{röntg}$ (g/cm^{-3})	2.750(4)	3.66
d_{exp} (g/cm^{-3})		3.65(20)
μ (cm^{-1})	63	172

Für die entsprechende Tellurverbindung liegen bisher noch keine kristallographischen Untersuchungen vor.

4.1.2.1 Tetramethylhexaselenatetrastanna-adamantan

Zur Intensitätsmessung diente eine flache Nadel mit den Abmessungen 0.24 x 0.07 x 0.15 mm auf einem ENRAF-NONIUS CAD 4 -Diffraktometer ($\omega/2\theta$-scan, Mo-Strahlung, Graphitmonochromator, λ = 71.069 pm). Vermessen wurde die Hälfte des reziproken Raumes bis sin θ/λ = 0.65 x 10^{-2} pm^{-1}. Während der Messung wurde kein Intensitätsabfall beobachtet. Nach den üblichen Korrekturen (Lorentz- und Polarisationskorrektur sowie Absorptionskorrektur mit μ = 172.0 cm^{-1}) resultierten 4207 Reflexe, 723 davon waren < 2σ(I) (unmeßbar schwach). Die E-Statistik zeigte eindeutig das Vorliegen der zentrosymmetrischen Raumgruppe $P\bar{1}$. Die Lage der Sn-Atome wurde aus einer Patterson-Synthese ermittelt. Nach 2 Fourier-Synthesen ergab sich die Lage der 6 Se-Atome, eine Differenzfouriersynthese ließ die Positionen der 4 C-Atome erkennen. Verfeinert wurde mit anisotropen Temperaturfaktoren bis zu einem R-Wert von 0.0400 *16 (gewichteter R-Wert 0.0596*16 ; 129 verfeinerte Parameter bei 3484 Observablen) Streufaktoren [33] Dispersionsfaktoren [34] , Gewichtsetzung: $w = K(\sigma^2|F| + g|F|^2)$ mit k = 1 und g = 0.006538). Versuche zur Bestimmung der Lage der H-Atome wurden nicht durchgeführt. Die endgültigen Lageparameter und Temperaturfaktoren sind aus Tabelle 4.1.15 ersichtlich, die Strukturfaktoren sind im Anhang aufgelistet.

*16 R-Wert und gewichteter R-Wert vgl. Fußnoten *12 und **13 zu Abschnitt 4.1.1.1

Tabelle 4.1.15 Lage- und Temperaturparameter

(CH3-SN)4SE6 - ADAMANTAN (P1/)

ATOM	X	Y	Z	U11	U22	U33	U23	U13	U12
SN1	0.18303(5)	0.13629(5)	0.81260(4)	0.0328(2)	0.0306(2)	0.0298(2)	-0.0011(1)	-0.0011(1)	-0.0187(1)
SN2	0.09658(5)	0.53037(5)	0.71024(4)	0.0292(2)	0.0281(2)	0.0256(2)	0.0003(1)	-0.0027(1)	-0.0117(1)
SN3	0.52699(5)	0.23224(5)	0.66348(4)	0.0275(2)	0.0318(2)	0.0266(2)	-0.0039(1)	0.0023(1)	-0.0138(1)
SN4	0.38069(5)	0.33026(5)	1.01215(4)	0.0322(2)	0.0329(2)	0.0225(2)	-0.0015(1)	-0.0026(1)	-0.0151(1)
SE1	-0.03782(8)	0.36177(7)	0.71688(7)	0.0300(3)	0.0367(3)	0.0365(3)	-0.0001(2)	-0.0054(2)	-0.0159(2)
SE2	0.41684(9)	0.04731(7)	0.66441(7)	0.0407(3)	0.0349(3)	0.0380(3)	-0.0107(2)	0.0067(2)	-0.0212(3)
SE3	0.27273(9)	0.14342(8)	1.03671(6)	0.0423(3)	0.0387(3)	0.0258(3)	0.0024(2)	-0.0013(2)	-0.0229(3)
SE4	0.32632(8)	0.46166(8)	0.55746(6)	0.0359(3)	0.0381(3)	0.0307(3)	0.0053(2)	0.0048(2)	-0.0127(2)
SE5	0.17378(8)	0.56865(7)	0.92971(6)	0.0404(3)	0.0314(3)	0.0308(3)	-0.0060(2)	-0.0053(2)	-0.0117(2)
SE6	0.62941(8)	0.25896(8)	0.87829(6)	0.0280(3)	0.0420(3)	0.0313(3)	-0.0041(2)	-0.0022(2)	-0.0161(2)
C1	0.0831(10)	-0.0174(9)	0.8152(8)	0.054(4)	0.051(4)	0.059(4)	-0.000(3)	0.005(3)	-0.037(4)
C2	-0.0787(9)	0.7332(7)	0.6386(7)	0.047(4)	0.035(3)	0.035(3)	0.003(2)	-0.000(3)	-0.013(3)
C3	0.7336(9)	0.1605(8)	0.5452(7)	0.038(3)	0.035(3)	0.047(4)	-0.010(3)	0.002(3)	-0.008(2)
C4	0.4579(9)	0.3419(8)	1.2008(6)	0.048(3)	0.042(3)	0.026(5)	0.001(2)	-0.013(2)	-0.014(3)

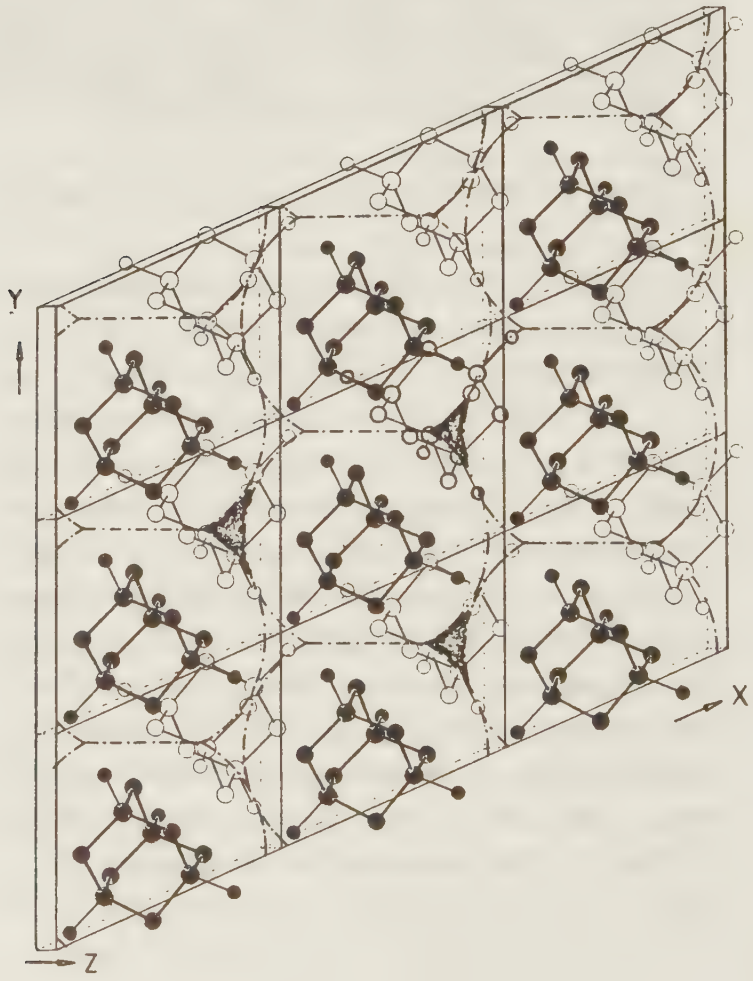
*17

*17 anisotrope Temperaturkorrektur vgl. Fußnote zu Tabelle 4.1.8

Die Berechnungen erfolgten mit Hilfe des Programmsystems SHELX - 76 [154] und lokalen Programmen [45] auf einer HB - 66/80 Rechenanlage im Rechenzentrum der Universität Mainz.

Die Abbildung 4.1.9 zeigt eine Darstellung mehrerer Elementarzellen in Projektion auf die x-y-Ebene. Die Elementarzelle enthält 2 Moleküle, die durch ein Symmetriezentrum miteinander verbunden sind, das eine liegt um z = $^1/_4$ und das andere um z = $^3/_4$ (schwarze Atome in Abb. 4.1.9). Jedes dieser Moleküle ist von sechs Nachbarmolekülen umgeben. Konstruiert man wie in Abb. 4.1.9 raumerfüllende Sphären um jedes Adamantanmolekül, so ergeben sich nahezu hexagonale Schichten mit der Schichtfolge A (oben) -B(Basisschicht; dunkle Atome in Abb. 4.1.9) - A (unten), d.h. die Moleküle sind nach Art einer hexagonalen Dichtestpackung gepackt.

Abb. 4.1.9 Tetramethylhexaselenatetrastannaadamantan Elementarzellen in Projektion auf die x-y-Ebene mit Hexagonaldichtest-Sphären. (Schwarze Atome um z = $^3/_4$)



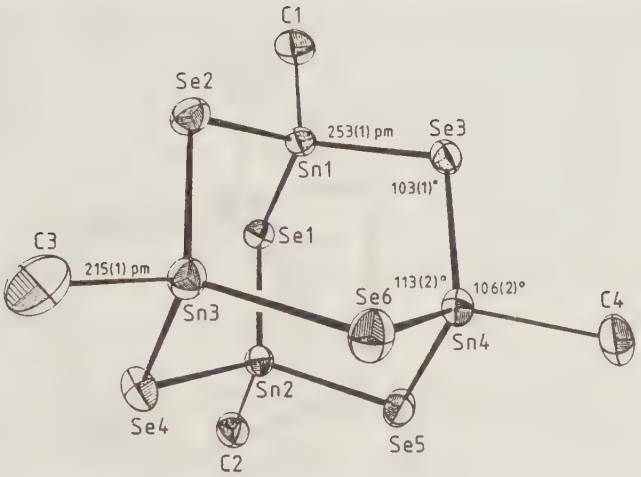
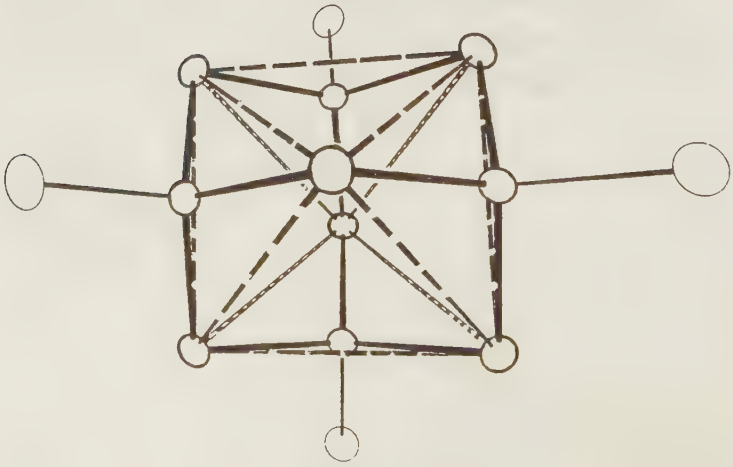


Abb. 4.1.10
$(CH_3Sn)_4Se_6$-Adamantan

In der gefundenen Adamantanstruktur des 1.3.5.7-Tetramethyl -2.4.6.8.9.10-hexaselena - 1.3.5.7-tetrastannaadamantan (Abb. 4.1.10) bilden die 4 Sn-Atome, sowie die 4 C-Atome jeweils ein nahezu regelmäßiges Tetraeder mit einer Kantenlänge von 395.4 pm bzw. 746.2 pm. Die 6 Kanten des Zinntetraeders sind mit 6 Se-Atomen überbrückt (vgl. Abb.4.1.11).

Abb. 4.1.11 Sn-Tetraeder (gestrichelt) in $(CH_3Sn)_4Se_6$

Abb. 4.1.12 Se- Oktaeder (gestrichelt) in $(CH_3Sn)_4Se_6$



Diese 6 Se-Atome besetzen die Ecken eines etwas verzerrten Oktaeders (Kantenlänge 420.6 pm)(vgl.Abb. 4.1.12). Die mittlere Entfernung der Atome vom gemeinsamen Schwerpunkt der 3 Körper beträgt für Sn: 242 pm, für C: 457 pm und für Se: 297 pm. Die mittleren Diederwinkel ergeben sich zu 70.3° für das Sn-Tetraeder, zu 70.7° für das C-Tetraeder und 109.5° für das Se-Oktaeder. Die beiden Tetraeder und das Oktaeder können auch durch 3 ineinander gestellte Würfel mit gemeinsamen Zentrum beschrieben werden. Die 4 Zinnatome besetzen 4 diagonale Ecken des innersten Würfels mit einer Kantenlänge von 280 pm, der von den 4 C-Atomen gebildete mittlere Würfel besitzt eine Kantenlänge von 528 pm. Die 6 Selenatome liegen im Zentrum der sechs Flächen des äußersten Würfels (Kantenlänge 595 pm). Das hochsymmetrische Molekül gehorcht der Punktgruppe T_d. Nach BART und DALY[13] läßt sich in diesem Fall die Position der Sn-, Se- und C-Atome im Adamantangerüst mit nur 3 Parametern a, b und c beschreiben. Die Atomlagen können so mit folgenden Koordinaten definiert werden, wenn der Mittelpunkt des Moleküls Ursprung eines kartesischen Koordinatensystems ist: Sn (a,a,a); (a,$\bar{a}$,$\bar{a}$); ($\bar{a}$,a,$\bar{a}$) und ($\bar{a}$,$\bar{a}$,a); Se ($\pm$ b,0,0); (0,$\pm$b,0) und (0,0,$\pm$b) sowie C (c,c,c); (c,$\bar{c}$,$\bar{c}$); ($\bar{c}$,c,$\bar{c}$) und ($\bar{c}$,$\bar{c}$,c). Gleichzeitig sind die Abweichungen von diesen idealisierten Lageparametern ein Prüfkriterium, wie gut sich das Molekül mit der Punktgruppe T_d beschreiben läßt. In Tabelle 4.1.16 sind die Parameter a,b und c sowie die mittlere und größte Abweichung vom Idealwert angegeben.

Tabelle 4.1.16 Abweichungen von der Molekülsymmetrie T_d

Atom	Parameter (pm)	Abweichungen (pm) maximal	mittlere
Sn	a = 139.8	4.7	2.3
Se	b = 297.3	7.6	2.3
C	c = 263.8	11.1	5.9

Das Adamantanmolekül läßt sich durch die Kombination von 4 alternierenden Sn-Se Sechsringen in der Sesselkonformation erhalten. Die Methylsubstituenten nehmen hierbei jeweils die 3 äquatorialen Positionen ein, während die axialen Positionen von Selen-Brückenatomen besetzt werden. Die Abstände und Bindungswinkel des Tetramethylhexaselenatetrastannaadamantans sowie die Torsionswinkel sind in Tab. 4.1.17 und 4.1.18 aufgezeigt.

Tabelle 4.1.17 Tetramethylhexaselenatetrastannaadamantan:
Abstände (in pm) und Bindungswinkel (in Grad)

Sn1-Se1	253.1(1)	Sn2-Se1	253.3(1)	Sn3-Se2	252.7(1)	Sn4-Se3	253.0(1)
-Se2	253.6(1)	-Se4	253.5(1)	-Se4	252.4(1)	-Se5	252.5(1)
-Se3	251.3(1)	-Se5	252.3(1)	-Se6	252.5(1)	-Se6	254.1(1)

Mittelwert der Sn-Se-Bindung 252.9(7) pm

Sn1-C1	215.5(11)	Sn2-C2	215.1(7)	Sn3-C3	215.5(8)	Sn4-C4	213.6(7)

Mittelwert der Sn-C-Bindung 214.9(9) pm

Se1-Sn1-Se2	111.13(4)	Se1-Sn2-Se4	111.60(4)	Se2-Sn3-Se4	110.13(4)	Se3-Sn4-Se5	113.72(3)
-Se3	115.19(4)	-Se5	112.59(3)	-Se6	114.76(4)	-Se6	112.60(4)
Se2-Sn1-Se3	112.11(4)	Se4-Sn2-Se5	113.37(3)	Se4-Sn3-Se6	112.75(4)	Se5-Sn4-Se6	110.57(4)

Mittelwert der Se-Sn-Se-Winkel 112.5(16)°

C1-Sn1-Se1	105.1(2)	C2-Sn2-Se1	107.9(2)	C3-Sn3-Se2	105.6(3)	C4-Sn4-Se3	104.4(3)
-Se2	104.5(2)	-Se4	107.0(2)	-Se4	107.3(2)	-Se5	109.0(2)
-Se3	108.0(2)	-Se5	104.1(2)	-Se6	105.6(2)	-Se6	106.0(2)

Mittelwert der C-Sn-Se-Winkel 106.1(15)°

Sn1-Se1-Sn2	102.13(4)	Sn1-Se3-Sn4	102.73(4)	Sn2-Se5-Sn4	103.75(4)
Sn1-Se2-Sn3	103.00(4)	Sn2-Se4-Sn3	102.75(4)	Sn3-Se6-Sn4	102.36(4)

Mittelwert der Sn-Se-Sn-Winkel 102.9(5)°

Tabelle 4.1.18 Tetramethylhexaselenatetrastannaadamantan: Torsionswinkel

C1 Sn1-Se1 Sn2	-177.7(2)	C2 Sn2-Se1 Sn1	-177.4(2)
-Se2 Sn3	+179.5(2)	-Se4 Sn3	+176.1(3)
-Se3 Sn4	-179.2(2)	-Se5 Sn4	-179.7(3)
C3 Sn3-Se2 Sn1	+177.7(2)	C4 Sn4-Se3 Sn1	+179.7(2)
-Se4 Sn2	-179.2(3)	-Se5 Sn2	-179.0(3)
-Se6 Sn4	-177.0(2)	-Se6 Sn3	+176.1(2)
Mittelwert 178.2°			
Sn2 Se1-Sn1 Se2	-65.34(4)	Sn1 Se1-Sn2 Se4	+65.47(4)
Se3	+63.54(4)	Se5	-63.35(4)
Sn3 Se2-Sn1 Se1	+66.70(4)	Sn3 Se4-Sn2 Se1	-66.47(4)
Se3	-63.81(4)	Se5	+61.93(5)
Sn4 Se3-Sn1 Se1	-62.18(4)	Sn4 Se5-Sn2 Se1	+64.18(4)
Se2	+66.22(4)	Se4	-63.72(5)
Sn1 Se2-Sn3 Se4	-66.68(4)	Sn1 Se3-Sn4 Se5	+60.96(4)
Se6	+61.83(4)	Se6	-65.81(4)
Sn2 Se4-Sn3 Se2	+66.32(4)	Sn2 Se5-Sn4 Se3	-62.90(4)
Se6	-63.28(5)	Se6	+64.04(5)
Sn4 Se6-Sn3 Se2	-61.13(4)	Sn3 Se6-Sn4 Se3	+62.58(4)
Se4	+66.06(5)	Se5	-65.36(5)
Mittelwert 64.2°			

Die 12 verschiedenen Zinn-Selen-Abstände weichen nicht wesentlich vom Mittelwert von 252.7 pm ab und entsprechen damit in etwa der Summe der kovalenten Radien (140 pm für Sn und 117 pm für Se[P2] und dem Zinn-Selen-Abstand im Hexamethyltriselenatristanninan. Bei den Zinn-Kohlenstoff-Abständen unterscheidet sich nur der Abstand Sn4 - C4 mit 213.6 pm leicht von den 3 restlichen Werten um 215.4 pm.

Die Winkel am Selen sowie am Zinn weichen nicht so stark vom idealen Tetraederwinkel ab wie im Hexamethyltriselenatristanninan, da das kompakte Adamantangerüst keine so große Variationsbreite zuläßt. Nach BART und DALY [13] gilt für die Abwei-

chung der Winkel in einem Molekül mit T_d-Molekülsymmetrie folgende Beziehung: besitzt der Winkel Se-Sn-Se den Wert $109.47^{\circ} + \Delta$, so ist der Winkel am Se(Sn-Se-Sn) $109,47^{\circ} - 2\Delta$; für das vorliegende Molekül mit einem mittleren Se-Sn-Se Winkel von 112.54° läßt sich für den Sn-Se-Sn Winkel 103.32° errechnen, der Mittelwert der gefundenen Sn-Se-Sn Winkel beträgt 102.87°.

Ein Vergleich der Winkel mit der heteroanalogen Schwefelverbindung zeigt, daß der Winkel am Sn-Atom um etwa 1° aufgeweitet ist, während die Winkel am Se-Atom sowie die Se-Sn-C Winkel etwa 2° kleiner sind, was mit dem größeren Raumbedarf des Se-Atoms gegenüber dem S-Atom erklärt werden kann.

Nimmt man für die CH_3-Sn(-Se)(-Se)-Se Einheit C_{3v} Symmetrie an, so sind die Se-Sn-Se (α) und Se-Sn-C (β) Winkel durch die Beziehung $3\cos^2\beta = 2\cos\alpha + 1$ verbunden [13]. Mit einem mittleren Se-Sn-C Winkel von 106.14° errechnet man einen Se-Sn-Se Winkel von 112.59° der nicht signifikant vom gemessenen Mittelwert (112.54°) abweicht. Die Sn-Se-Sn-Se Torsionswinkel schwanken um den Mittelwert von 64.2° (steiler als die Normalsesselkonformation). Entsprechend weichen die gemittelten C-Sn-Se-Sn Torsionswinkel mit 178.2° leicht vom Idealwert von 180° ab. Zwischen dem Torsionswinkel φ und dem Bindungswinkel ϑ eines gleichseitigen 6-Rings besteht nach DUNITZ [48,49] die Beziehung $\cos\varphi = -\cos\vartheta/(1+\cos\vartheta)$. Bei einem mittleren 6-Ring-Bindungswinkel von 107.7° ergibt sich ein Torsionswinkel von 64.1° (gem. Mittelwert 64.2°).

4.1.3 Strukturchemische Volumenregel

Nach der strukturchemischen Volumenregel von GATTOW [58] bestehen bei isostrukturellen Verbindungen zum Teil lineare Zusammenhänge zwischen den Summen der Ionenradien aller oder eines Teils der an der Verbindung beteiligten Atome und den Volumina der Elementarzellen, bezogen auf die Anzahl der Formeleinheiten. Diese für Ionenkristalle abgeleitete Beziehung kann auch auf die in der vorliegenden Arbeit beschriebenen Molekülkristalle übertragen werden, wobei statt der Ionenradien die kovalenten Radien [P2] summiert werden. Die Summe der kovalenten Radien verhält sich für $[(CH_3)_2SnX]_3$ mit X=S, Se, Te und für $[(CH_3)_2Sn]_3X_2$ mit X=Se [47] und X=Te [107] zu dem entsprechenden Volumen stets wie 1 : 23. Bei Molekülen anderer Struktur ergibt sich analog der Vorhersagen der strukturchemischen Volumenregel ein anderes Verhältnis: für $(CH_3Sn)_4X_6$ mit X=S [87] und X=Se 1 : 27 und für $[(C_6H_5)_3Sn]_2X$ sowie $[(C_4H_9)_2SnX]_2$ mit X=S, Se, Te 1 : 20 (vgl. Tab. 4.1.19).

Vorausgesetzt es packen die Moleküle eines Kristalls nach Art einer Dichtestpackung und es gilt die strukturchemische Volumenregel für Molekülkristalle, so sollte es möglich sein, wie von BILZ [B4] beschrieben, für einzelne Atome oder Atomgruppen des Kristalls Volumeninkremente zu berechnen. Diese Partialvolumina sind auf Baugruppen anderer Moleküle mit ähnlichem Bindungscharakter übertragbar.

Tab. 4.1.19 Strukturchemische Volumenregel und Volumeninkremente

	V	z	V/z	r_i	V/z· r_i	V(X)	$V(R_nSn)$	Lit.
$[(CH_3)_2SnX]_3$								
X=S (monokl)	1659	4	414.8	1771	23.4	28	(110)	77
X=S (tetrag)	1623	4	405.8	1771	22.9	26	(110)	111
X=Se	1730	4	432.5	1601	23.5	34	110	
X=Te *	5286	12	440.5	1807	23.5	41 *	106 *	
$[(CH_3)_2Sn]_3X_2$								
X=Se	1594	4	398.5	1693	23.5	34	110	47
X=Te *	3200	8	400.0	1733	23.1	41 *	106 *	107
$(CH_3Sn)_4X_6$								
X=S	1757	4	439.3	1621	27.1	(26)	68	87
X=Se	916	2	458.0	1699	27.0	(33)	65	
$[(C_6H_5)_3Sn]_2X$								
X= -	3084		771.0	3952	19.5	---	386	126
X=S	3199		799.7	4056	19.7	29		50
X=Se	3209		802.3	4069	19.7	32		91
$[(C_4H_9)_2SnX]_2$								
X=S	1145	2	572.0	2875	19.9	(26)	258	127
X=Se	1173	2	586.0	2901	20.2	(33)	260	127
X=Te	1213	2	606.0	2941	20.6	(41)	262	127

Volumina in $pm^3 \times 10^6$, Kovalente Radien ^{P}1 (pm), V/z r_i ($pm^2 \times 10^4$),
( ) eingesetzte Werte, * Tieftemperaturmessung

Die Differenz der Molekülvolumina von $[(CH_3)_2SnSe]_3$ und $[(CH_3)_2Sn]_3Se_2$ bzw. $[(CH_3)_2SnTe]_3$ und $[(CH_3)_2Sn]_3Te_2$ kann als Raumbedarf des entsprechenden Chalkogens angesehen werden. Mit Kenntnis dieser Größe läßt sich das Partialvolumen der $(CH_3)_2Sn$-Gruppe errechnen. Hierbei ist zu berücksichtigen, daß die Strukturbestimmung der Tellurverbindung bei -160°C durchgeführt und keine Temperaturkorrektur vorgenommen wurde. Die Ergebnisse sind in Tab. 4.1.19 aufgelistet. Zur Überprüfung der Chalkogenvolumeninkremente werden, in Ermangelung anderer Daten $(C_6H_5)_3$ Sn-Verbin-

dungen benutzt, wobei die Differenz zwischen $[(C_6H_5)_3Sn]_2X$ und $[(C_6H_5)_3Sn]_2$ das Chalkogenvolumen ergibt.

Die ermittelten Volumeninkremente der Chalkogene werden für $[(C_4H_9)_2SnX]_2$-Verbindungen eingesetzt, um den Raumbedarf einer $(C_4H_9)_2Sn$-Gruppe zu ermitteln, dabei ergibt sich innerhalb der Fehlergrenzen das gleiche Volumen. Auf Grund des geringen Datenmaterials sollten die Ergebnisse nicht überbewertet werden. Die Übertragbarkeit der strukturchemischen Volumenregel von GATTOW [58] auf Molekülkristalle ist gegeben, jedoch sind die Werte der oben ermittelten Volumeninkremente noch mit zu großen Unsicherheiten behaftet.

4.2 Mößbauerspektren der Hexamethyltrichalkogenatristanninane

Die Mößbauerparameter der drei heteroanalogen Hexamethyltrichalkogenatristanninane sind zusammen mit einigen Literaturwerten in Tabelle 4.2.1 aufgelistet.

Tabelle 4.2.1

Mößbauerparameter der Hexamethyltrichalkogenatristanninane

Verbindung	δ (mm/s)	ΔE_Q (mm/s)	$\Gamma/2$ (mm/s)	Literatur
$[(CH_3)_2SnS]_3$	1.23	1.85		20
	1.24	1.51		85
	1.341 (8)	1.84 (1)		72
	1.31 (2)	1.83 (2)	0.42	diese Arbeit
$[(CH_3)_2SnSe]_3$	1.40 (1)	1.84 (1)	0.47	diese Arbeit
$[(CH_3)_2SnTe]_3$	1.51 (1)	1.57 (1)	0.54	diese Arbeit

Standard $Ba^{119m}SnO_3$

Γ gibt die Linienbreite an, die mit steigendem Atomgewicht des Substituenten zunimmt.

Als Beispiel eines Spektrums dient der Druckerplot des Hexamethyltritelluratristanninans in Abb. 4.2.1.

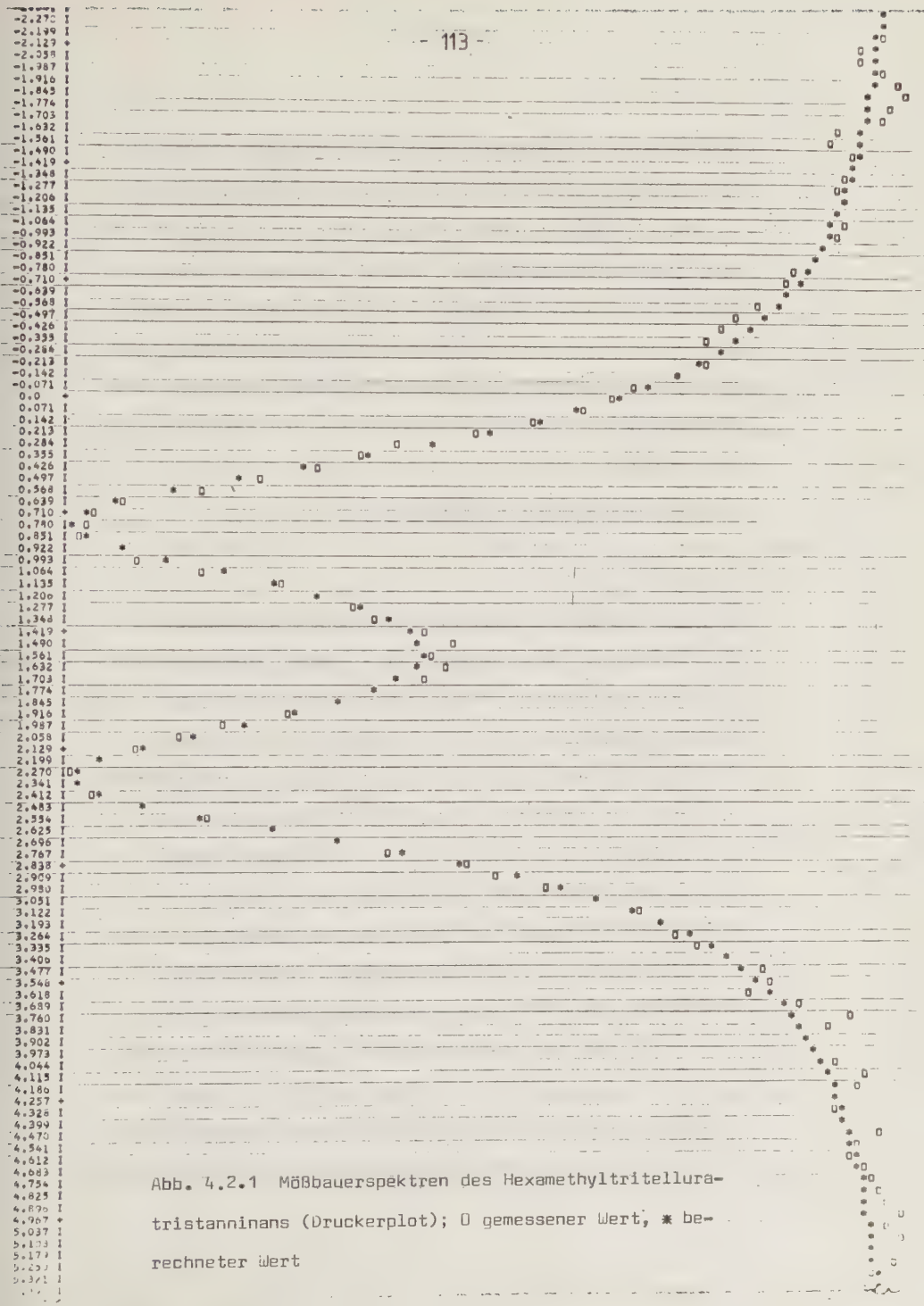


Abb. 4.2.1 Mößbauerspektren des Hexamethyltritelluratristanninans (Druckerplot); O gemessener Wert, * berechneter Wert

Die beiden Hauptparameter der Mößbauerspektren von Zinn(IV)-Verbindungen - die Isomerieverschiebung δ und die Quadrupolaufspaltung ΔE_Q - lassen sich mit dem Charakter und der Anordnung der Substituenten am Zinnatom in Beziehung setzen, daher sollen sie im folgenden etwas näher betrachtet werden.

Die Isomerieverschiebung δ beruht auf der Verschiebung des Kernniveaus durch elektrische Monopolwechselwirkung zwischen Atomkern und Elektronen am Kernort und ist durch

$$\delta = \text{const} \cdot \{|\psi(0)|_A^2 - |\psi(0)|_S^2\} \cdot (R_a^2 - R_g^2) \qquad 4.2.1$$

gegeben [66].

$|\psi(0)|_A^2$ und $|\psi(0)|_S^2$ sind die Elektronendichten am Kernort für Absorber (A) und Standard (S); R_a^2 und R_g^2 sind die mittleren Radienquadrate des Kerns im Anregungs- und im Grundzustand. Die Elektronendichte am Kernort wird praktisch nur durch s-Elektronen bestimmt, ihnen allein wird am Ort des Atomkerns eine endliche Aufenthaltswahrscheinlichkeit zugeschrieben. Es kann gezeigt werden [97], daß der Beitrag der inneren Orbitale des Mößbaueratoms konstant ist und Änderungen der Isomerieverschiebung durch Veränderungen des Valenz s-Orbitals verursacht werden. Besetzungsänderungen in den Valenz p- und d-Orbitalen beeinträchtigen die Elektronendichte am Kern durch einen geringen Abschirmeffekt ($^1/_{10}$ des s-Beitrages).

In Systemen, in denen Substituenten identisch oder chemisch ähnlich sind, ändert sich die Isomerieverschiebung mit der Elektronegativität der Bindungspartner.

Da die Sn-Atome in den drei Hexamethyltrichalkogenatristanninanen die gleichen organischen Reste tragen, lassen sich die ermittelten Isomerieverschiebungen direkt vergleichen. Wie oben angedeutet, ist die Isomerieverschiebung in erster Linie ein Maß für die s-Elektronendichte am Sn-Kern und relativ unempfindlich gegen eine Elektronenverschiebung der p und d Elektronen. Mit abnehmender Elektronegativität der Chalkogene vom S zum Te sollte die s-Elektronendichte am Zinn zunehmen, was sich in einer zunehmenden Isomerieverschiebung von $[(CH_3)_2SnS]_3$ zum $[(CH_3)_2SnTe]_3$ äußert. Der Unterschied in der Isomerieverschiebung zwischen der Schwefel- und der Selenverbindung im Bezug auf die Tellurverbindung ist größer als der entsprechende Elektronegativitätsunterschied. Eine grafische Korrelation der Elektronegativität mit der Isomerieverschiebung, wie von HERBER [71] vorgeschlagen, wird nicht vorgenommen, da eine Korrelation von 3 Meßwerten nicht sinnvoll erscheint. Eine vollständige Interpretation der Isomerieverschiebung von Organozinnverbindungen ist bisher nicht beschrieben [82].

Eine elektrische Quadrupolwechselwirkung zwischen einem Atomkern und einem elektrischen Feld am Kernort tritt dann ein, wenn der Atomkern ein elektrisches Quadrupolmoment $Q \neq 0$ hat und das elektrische Feld am Kernort inhomogen ist. Infolge dieser Wechselwirkung spalten die Energieniveaus des Kerns in $2I + 1$ Unterniveaus auf, wenn der Kernspin $I > {}^1/_2$ ist. Dies führt im Mößbauerspektrum zu einer Linienaufspaltung. Für ^{119}Sn weist der Grundzustand einen Kernspin von $I = {}^1/_2$ und

der erste angeregte Zustand einen Kernspin von $I = {}^3/_2$ auf. Es sind so zwei Übergänge erlaubt: vom angeregten Zustand mit $m_I = \pm {}^1/_2$ in den Grundzustand mit $m_I = \pm {}^1/_2$ (σ-Übergang) und vom angeregten Zustand $m_I = \pm {}^3/_2$ in den Grundzustand $m_I = \pm {}^1/_2$ (π-Übergang). Die Größe der Quadrupolaufspaltung ist proportional dem Elektrischen Feldgradient Tensor (EFG), der ein Maß für unsymmetrische Elektronenverteilung und Substituentenanordnung am Zinn ist. Für den $I = {}^3/_2$ Fall, wie er auf ^{119}Sn anzuwenden ist, ergibt sich die Quadrupolaufspaltung als B2

$$\Delta E_Q = {}^1/_2 e^2 qQ(1 + \eta^2/3)^{1/2}, \qquad 4.2.2$$

wobei Q = Quadrupolmoment des Kerns,

eq = V_{zz} = z-Komponente des Elektrischen Feldgradienten (EFG),

η = der Asymmetrieparameter = $(V_{xx} - V_{yy})/V_{zz}$. 4.2.3

Der Elektrische Feldgradient am Sn-Kern läßt sich in erster Näherung als Summe unabhängiger Beiträge für jeden einzelnen Substituenten am Sn beschreiben.

Bei dem Elektrischen Feldgradienten handelt es sich um einen 3 x 3 Tensor:

$$EFG = - \begin{vmatrix} V_{xx} & V_{xy} & V_{xz} \\ V_{yx} & V_{yy} & V_{yz} \\ V_{zx} & V_{zy} & V_{zz} \end{vmatrix} \qquad 4.2.4$$

Durch Übereinkunft werden die Koordinatenachsen so gewählt, daß $|V_{zz}| \geq |V_{yy}| \geq |V_{xx}|$ und daß die Elemente außerhalb der Diagonale verschwinden. Der EFG Tensor ist spurlos, das heißt,

$V_{xx} + V_{yy} + V_{zz} = 0$; somit werden 2 Parameter, V_{zz} und der Asymmetrieterm $\eta = (V_{xx} - V_{yy})/V_{zz}$, benötigt [119], die schon in Gleichung 4.2.2 berücksichtigt sind.

Nach einem einfachen Molekülorbitalmodell von CLARK [27] sind die Komponenten des EFG Tensors

$$V_{rs} = 2 \sum_{L=A}^{N} (1-R_L) (\Phi_L | \vec{V}_{rs} | \Phi_L) \qquad 4.2.5$$

wobei $\sum_L$ Summe über alle Elektronen

R_L = Korrekturglied für Verformung der abgeschlossenen inneren Schalen des Metallorbitals

Φ_L (L = A,B...N) Orbital, das soweit als möglich eine Zinn-Substituentenbindung beschreibt.

Da das Orbital Φ_L möglichst in Richtung der Sn-X-Bindung weist, kann es als Linearkombination des Metallhybridorbitals h_L und des Substituentenorbitals χ_L angesehen werden.

$$\Phi_L = c_1 h_L + c_2 \chi_L \qquad 4.2.6$$

Der Matrixterm in Gleichung 4.2.5 wird damit zu

$$(\Phi_L | \vec{V}_{rs} | \chi_L) = c_1^2 (h_L | \vec{V}_{rs} | h_L) + 2c_1c_2 (h_L | \vec{V}_{rs} | \chi_L) + c_2^2 (\chi_L | \vec{V}_{rs} | \chi_L) \qquad 4.2.7$$

Der 2. und der 3. Ausdruck in Gleichung 4.2.7 sind vernachlässigbar [27]. Wählt man nun das lokale Koordinatensystem (X,Y,Z) mit der z-Achse in Richtung der Sn-X-Bindung wird $V_{zz}(L)$ zu :

$$V_{zz}(L) = 2(1-R_L)\ (h_L|\vec{V}_{zz}|h_L)\ c_1^2 = 2\,[L] \cdot e \qquad 4.2.8$$

wobei [L] = partielle Quadrupolaufspaltung (Beitrag des Substituenten X zum Elektrischen Feldgradienten).

Für die hier zu betrachtenden tetraedrischen Koordinationstypen am Zinn $ASnB_3$ mit lokaler C_{3v}-Symmetrie und A_2SnB_2 mit lokaler C_{2v}-Symmetrie muß noch der oben erwähnte Asymmetrieterm η berücksichtigt werden.

Für $ASnB_3$ ist $\eta = 0$ [B2],

Für A_2SnB_2 ist $\eta = 1$ [B2], und 4.2.4 wird zu:

$$\eta_L = (h_L|\vec{V}_{xx} - \vec{V}_{yy}|h_L) \,/\, (h_L|\vec{V}_{zz}|h_L \qquad 4.2.9$$

Eine Berechnung der partiellen Feldgradienten [L] für eine tetraedrische Koordination mit Hilfe der Gleichung 4.2.8 mit

$$h_z^{tetr} = \frac{1}{2}\,s + \frac{\sqrt{3}}{2}\,p_z \qquad 4.2.10$$

ergibt

$$[L]^{tetr} = -\frac{3}{10}\,\langle r^{-3}\rangle_p\,\sigma_L^{tetr} \quad [27] \qquad 4.2.11$$

$\langle r^{-3}\rangle_p$ = mittlerer Radius des p-Orbitals

σ_L^{tetr} = empirischer Parameter proportional $2c_1^2$.

Das s-Orbital liefert keinen Beitrag zum Elektrischen Feldgradienten [P1] und wird deshalb nicht berücksichtigt.

Die entsprechende Quadrupolaufspaltung für $ASnB_3$ beträgt damit nach 4.2.2, 4.2.8 und 4.2.11 [B2]

$$\Delta E_Q = \frac{1}{2}\,e^2Q\,V_{zz} = \frac{3}{5}\,\langle r^{-3}\rangle_p\,(\sigma_R^{tetr} - \sigma_X^{tetr}) \cdot \frac{e^2Q}{2}$$

4.2.12

Aus dem Ergebnis 4.2.12 ist ersichtlich, daß die Quadrupolaufspaltung durch ungleichmäßige Verteilung der σ-Bindungselektronendichte beeinflußt wird, wobei eine Asymmetrie in der Sp-Elektronendichte einen merklichen Beitrag leistet $(\sigma_R - \sigma_X)$ [27]

Experimentelle Bestätigung liefern die Ergebnisse von PARISH [118], CHIVERS [25,26] und HILL [73].

Für den A_2SnB_2 -Typ läßt sich die z-Achse des lokalen Koordinatensystems nicht sinnvoll in Richtung der Sn-X-Bindung legen, dies erschwert eine eingehende Betrachtung. In symmetrieäquivalenten Systemen können jedoch Vergleiche angestellt werden, ohne die genaue Zusammensetzung der Hybridorbitale zu berücksichtigen [P1].

Eine weitere grobe Vereinfachung liefert das Punkt-Ladungsmodell, in dem jedem Substituenten eine effektive Punktladung zugeschrieben wird, deren Betrag den Beitrag jedes Substituenten zum Elektrischen Feldgradienten darstellt [27]. Für den A_2SnB_2 -Typ ergeben sich nach dem Punkt-Ladungsmodell folgende Komponenten des EFG-Tensors (tetraedr. Geometrie angenommen) [118,B2].

$$\begin{aligned} V_{zz} &= (2\,[A] - 2\,[B])\,e \\ V_{yy} &= (2\,[B] - 2\,[A])\,e \\ V_{xx} &= 0 \\ \eta &= 1 \end{aligned} \qquad 4.2.13$$

dabei bedeuten [A] und [B] die partiellen Feldgradienten der Substituenten A bzw. B.

Gleichung 4.2.2 wird zu:

$$\Delta E_Q = \frac{1}{2} e^2 Q \cdot (2\,[A] - 2\,[B]) \cdot \sqrt{\frac{4}{3}} \qquad 4.2.14$$

Für den Strukturtyp $ASnB_3$ mit folgenden Komponenten des EFG-Tensors [118,B2].

$$\begin{aligned} V_{zz} &= (2\,[A] - 2\,[B])\,e \\ V_{yy} &= (-\,[B] + [A])\,e \\ V_{xx} &= (-\,[B] + [A])\,e \\ \eta &= 0 \end{aligned} \qquad 4.2.15$$

ergibt sich nach Gleichung 4.2.2:

$$\Delta E_Q = \frac{1}{2}\,e^2Q\,(2\,[A] - 2\,[B]) \qquad 4.2.16$$

Auch für das Punkt-Ladungsmodell ist der Beitrag eines Substituenten nicht unabhängig von der Koordinationszahl des Zentralatoms [119], damit sollten Feldgradienten strukturverwandter Koordinationspolyeder verglichen werden. Mit Gleichung 4.2.14 kann man bei Kenntnis des partiellen Feldgradienten für $[CH_3]$ den Beitrag der Chalkogene zum Elektrischen Feldgradienten der drei heteroanalogen Hexamethyltrichalkogenatristanninane in $\frac{1}{2}\,e^2Q$-Einheiten bestimmen

$$[X] = \frac{\sqrt{3}}{4}\,\Delta E_Q + [CH_3] \qquad 4.2.17$$

wobei ΔE_Q die gemessene Quadrupolaufspaltung ist.
Benutzt man für $[CH_3]$ den von CLARK [27] ermittelten und von SHAM [153] und BANCROFT [11] bestätigten Wert

$[CH_3]^{tetr} = -1.37 \quad \frac{e^2Q}{2}$ (mm/s), so erhält man für

$[(CH_3)_2SnS]_3 : [X]^{tetr} = [S] : -0.58 \quad \frac{e^2Q}{2}$ (mm/s)
$[(CH_3)_2SnSe]_3 : \quad " \quad = [Se] : -0.59 \quad "$

$$[(CH_3)_2SnTe]_3 \quad :[X]^{tetr} \quad = [Te] \quad : -0.69 \frac{e^2Q}{2} \quad (mm/s).$$

Hierbei wird ΔE_Q als positiv angenommen, da ein Vorzeichenwechsel in ΔE_Q zu negative und mit dem $[CH_3]$-Wert unvereinbare Ergebnisse liefert. Eine Vorzeichenbestimmung von ΔE_Q wurde nicht durchgeführt, das verwendete Ausschlußprinzip ist durchaus üblich [27]. POLLER[123] hat für $[S]^{tetr}$ = -0.53(mm/s) errechnet.

Man geht davon aus, daß allen Alkylresten im gleichen Strukturtyp der partielle Feldgradientenbeitrag des $[CH_3]$ zugewiesen werden kann [27]. Auf Grund dieser Annahme kann der berechnete partielle Feldgradient für Schwefel überprüft und bestätigt werden. STAPFER[160] beobachtet für $[(C_4H_9)_3Sn]_2S$ eine Quadrupolaufspaltung ΔE_Q = 1.58 (mm/s).

Für den partiellen Feldgradienten des Schwefels [S] gilt in diesem Fall des $ASnB_3$-Typs nach Gleichung 4.2.16

$$[S] = \frac{\Delta E_Q}{2} + [C_4H_9] \qquad 4.2.18$$

mit $[C_4H_9] = -1.37 \frac{e^2Q}{2}$ (mm/s) und $\Delta E_Q = +1.58$ (mm/s) [160]

wird $[S] = -0.58 \frac{e^2Q}{2}$ (mm/s).

Ein Vergleich der Gleichungen 4.2.14 und 4.2.16 läßt erkennen, daß zwischen den ΔE_Q-Werten für den tetraedrischen $ASnB_3$-Fall (4.2.16) und den A_2SnB_2-Fall (4.2.14) folgender Zusammenhang besteht:

$$\frac{\Delta E_Q\ (ASnB_3)}{\Delta E_Q\ (A_2SnB_2)} = \frac{1}{2} \cdot \sqrt{3} = 0.866 \qquad 4.2.19$$

Da nach CLARK [27,B2] geringe Abweichungen (≤ 20% EFG) von der idealen tetraedrischen Geometrie die Übereinstimmung zwischen gemessenen und berechneten Werten nur unwesentlich beeinflußt, sollen mit Hilfe der Beziehung 4.2.19 in Tabelle 4.2.2 einige Literaturdaten verglichen werden. Die Übertragbarkeit der partiellen Feldgradienten der Alkylgruppen wird angewendet [27].

Tabelle 4.2.2 Vergleich der gemessenen Quadrupolaufspaltung für tetraedrische Koordination am Sn, Strukturtyp A_2SnB_2 und $ASnB_3$

Verbindung A_2SnB_2	ΔE_Q /mm/s	Lit.	Verbindung $ASnB_3$	ΔE_Q /mm/s	Lit.	$\frac{\Delta E_Q(ASnB_3)}{\Delta E_Q(A_2SnB_2)}$
$[(C_4H_9)_2SnS]_3$	1.83	38	$(C_4H_9)_3Sn_2S$	1.58	160	0.86
	1.90	6				0.83
	2.18	123				0.72 *
$[(CH_3)_2SnS]_3$	1.51	85				1.05 *
	1.84	72				0.86
	1.85	20				0.85
	1.83	diese Arbeit				0.86
$[(C_4H_9)_2SnS]_3$	1.83	38	$(C_4H_9Sn)_4S_6$	1.40	39	0.77
$[(CH_3)_2SnS]_3$	1.83	diese Arbeit	$(CH_3Sn)_4S_5$	1.40	39	0.77
$(CH_3)_2Sn(C_6F_5)_2$	1.49	119	$(CH_3)_3SnC_6F_5$	1.31	119	0.88
			$CH_3Sn(C_6F_5)_3$	1.14	119	0.77

* vergleiche Text

Die Ergebnisse in Tabelle 4.2.2 bestätigen die Gültigkeit der Beziehung 4.2.19. Die mit * gekennzeichneten

Werte zeigen deutliche Abweichungen, z.B. beträgt die von POLLER[123] für $[(C_4H_9)_2SnS]_3$ berechnete Quadrupolaufspaltung 1.98 (mm/s) (gem.: 2.18). Leider ist das im Rahmen dieser Arbeit verfügbare Datenmaterial zu gering, um eine eingehendere Überprüfung des Punkt-Ladungsmodells zuzulassen. Eine Anwendbarkeit der partiellen Feldgradient-Abschätzung für $ASnB_3$ auf Verbindungen des Typs A_3SnB führt zu systematischen Abweichungen, wie die Ergebnisse in Tabelle 4.2.2 für die Verbindungen $(CH_3Sn)_4S_6$, $(C_4H_9Sn)_4S_6$ und $CH_3Sn(C_6F_5)_3$ zeigen. Der Quotient der Quadrupolaufspaltungen beträgt statt des Idealwertes 0.87 für die genannten Verbindungen jeweils 0.77. Die ermittelten partiellen Feldgradienten für die drei Chalkogene S, Se, Te sollten eine Abschätzung in $e^2Q/2$ Einheiten angeben. Der beherrschende Faktor, der zu einer Quadrupolaufspaltung führt, ist ein Ungleichgewicht in der Polarität der Zinn-Substituent σ-Bindung, wobei ein direkter Zusammenhang zu den induktiven Taft-Konstanten besteht[118]. Eine Korrelation mit den entsprechenden Elektronegativitäten führt zu keinem zufriedenstellenden Ergebnis; für organische Reste werden unrealistische Werte gefunden[P1].

Für die 3 heteroanalogen Hexamethyltrichalkogenatristanninane $[(CH_3)_2SnX]_3$ wird für X = S die größte Quadrupolaufspaltung beobachtet, während für X = Te der Wert deutlich kleiner ist, was einer Abnahme der Bindungspolarität der Sn-X-Bindung von X = S zu X = Te entspricht.

Zusammenfassend läßt sich sagen, daß Isomerieverschiebung und Quadrupolaufspaltung zwei Faktoren in der Elektronenverteilung beschreiben. Die Isomerieverschiebung ist ein Maß für die s-Elektronendichte am Zinn-Kern und realtiv unempfindlich

gegen Änderungen in der Dichte der p- und d- Elektronen. Die Quadrupolaufspaltung spiegelt die relative Zusammensetzung der Sn-Substituenten-Bindungsorbitale und die p-Elektronendichte der σ-Bindung wieder und sie scheint mit der Basizität des Substituenten in Beziehung zu stehen [P1].

Für die drei heteroanalogen Hexamethylchalkogenatristanninane wird bei der Punkt-Ladungsabschätzung angenommen, daß die unterschiedliche Ladungsdichte am Zinn die CH_3-Sn-Bindung nicht merklich beeinflußt. Für $[(CH_3)_2SnS]_3$ wird eine größere Quadrupolaufspaltung und eine kleinere Isomerieverschiebung gemessen als für $[(CH_3)_2SnTe]_3$, damit ist also die Sn-S-Bindung polarer als die Sn-Te-Bindung. Dies läßt auf eine größere p-Elektronendichte (ΔE_Q) und eine verminderte s-Elektronendichte (δ) der Zinn-Schwefel- im Vergleich zur Zinn-Selen- und Zinn-Tellur-Bindung schließen. Kernresonanzdaten (siehe Abs. 3.2) können diese Ergebnisse bestätigen.

Ähnliche Beobachtungen werden von HILL [73] an Lewis-Base Addukten des Trimethylzinnchlorids und von CHIVERS [25,26] an Polyhalogenarylzinnverbindungen beschrieben.

4.3 Schwingungsanalyse

Die bisher in der Literatur beschriebenen Schwingungsspektren sind zusammen mit dem Aufnahmebereich (in cm^{-1}) der Zusammenstellung (Abschnitt 1.2) zu entnehmen. Besonders erwähnenswert sind hierbei die Arbeiten von KRIEGSMANN u. Mitarbeitern [92,93,94], sowie von SCHUMANN u. Mitarbeitern [146,148,149,150].

Die Übersichtsspektren für Infrarot-Absorption und Raman-Emission der drei Hexamethyltrichalkogenatristanninane $[(CH_3)_2SnX]_3$ mit X = S, Se, Te und der beiden Tetramethylhexachalkogenatetrastannaadamantane $(CH_3Sn)_4X_6$ mit X = S, Se sind in Abb. 4.3.1 bis 4.3.6 für den Bereich 600 - 20 cm^{-1} dargestellt. Bei den Schwingungsspektren der hier behandelten Methylzinnchalkogenide läßt der höherfrequente Bereich von 3000 bis ca. 700 cm^{-1} (nicht abgebildet), der den inneren Schwingungen der Methylgruppe vorbehalten ist, naturgemäß kaum einen Chalkogenwechsel oder eine Änderung der Methylgruppenzahl am Zinnatom erkennen. Die beobachteten IR-Absorptionen der obengenannten Verbindungen zwischen 3000 - 700 cm^{-1} sind in Tabelle 4.3.1 zusammengestellt.

Die Zinn-Kohlenstoffvalenzschwingungen aliphatischer Organozinnverbindungen sind im Bereich von 625 bis 475 cm^{-1} zu beobachten [B1]. Mit zunehmender Chalkogensubstitution am Zinnatom werden die Sn-C-Valenzschwingungen zu höheren Frequenzen verschoben: $(CH_3)_4Sn$: 525, 506 [156], $[(CH_3)_3Sn]_2S$: 531, 508 [93], $[(CH_3)_2SnS]_3$: 545, 515 , $(CH_3Sn)_4S_6$: 542, 539 cm^{-1}. Die gleiche Beobachtung an Organozinnhalogeniden erklärt MATHIASCH [99] mit einer zunehmenden Festigung der verbleibenden Sn-C-Bindungen. Eine Variation der Chalkogene vom S zum Te resultiert in einer geringen Verschiebung nach kleineren Frequenzen.

Abb. 4.3.1 Hexamethyltrichalkogenatristanninane

Infrarotspektren 20 bis 200 cm^{-1}

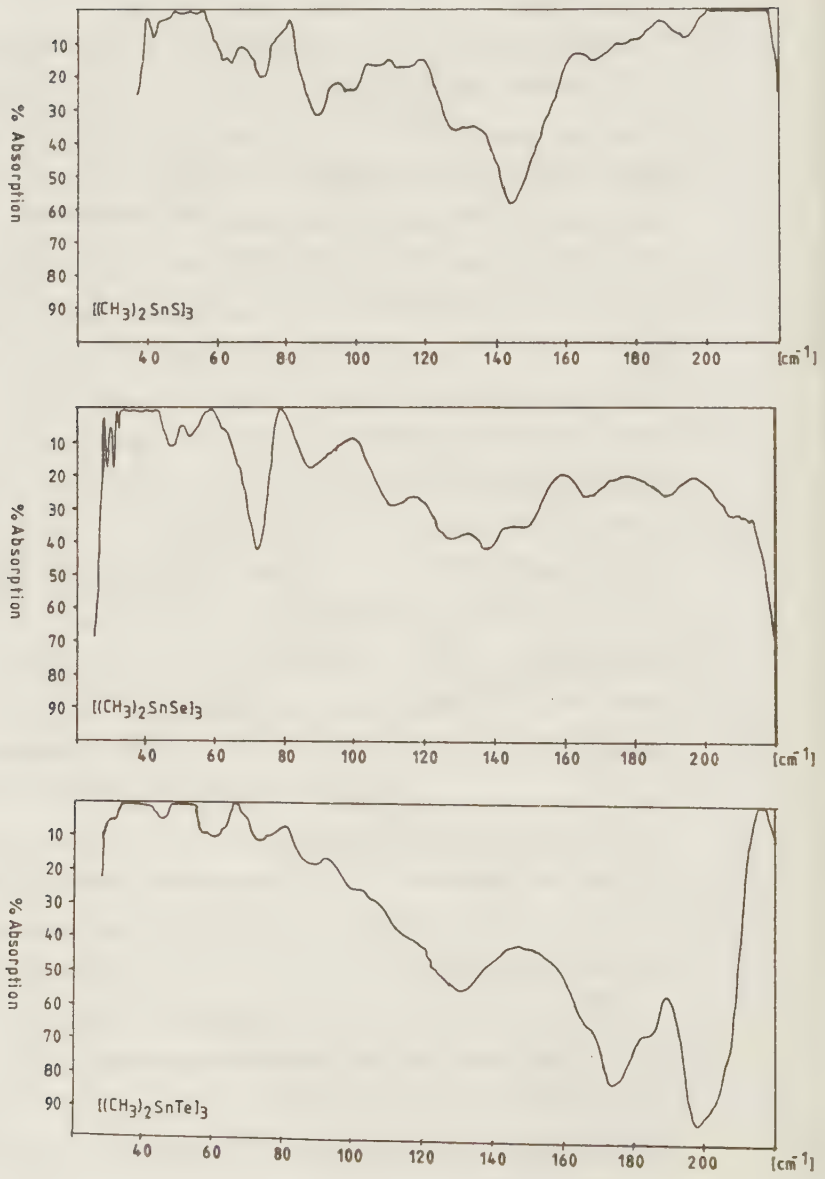


Abb. 4.3.2 Hexamethyltrichalkogenatristanninane

Infrarotspektren 200 bis 600 cm^{-1}

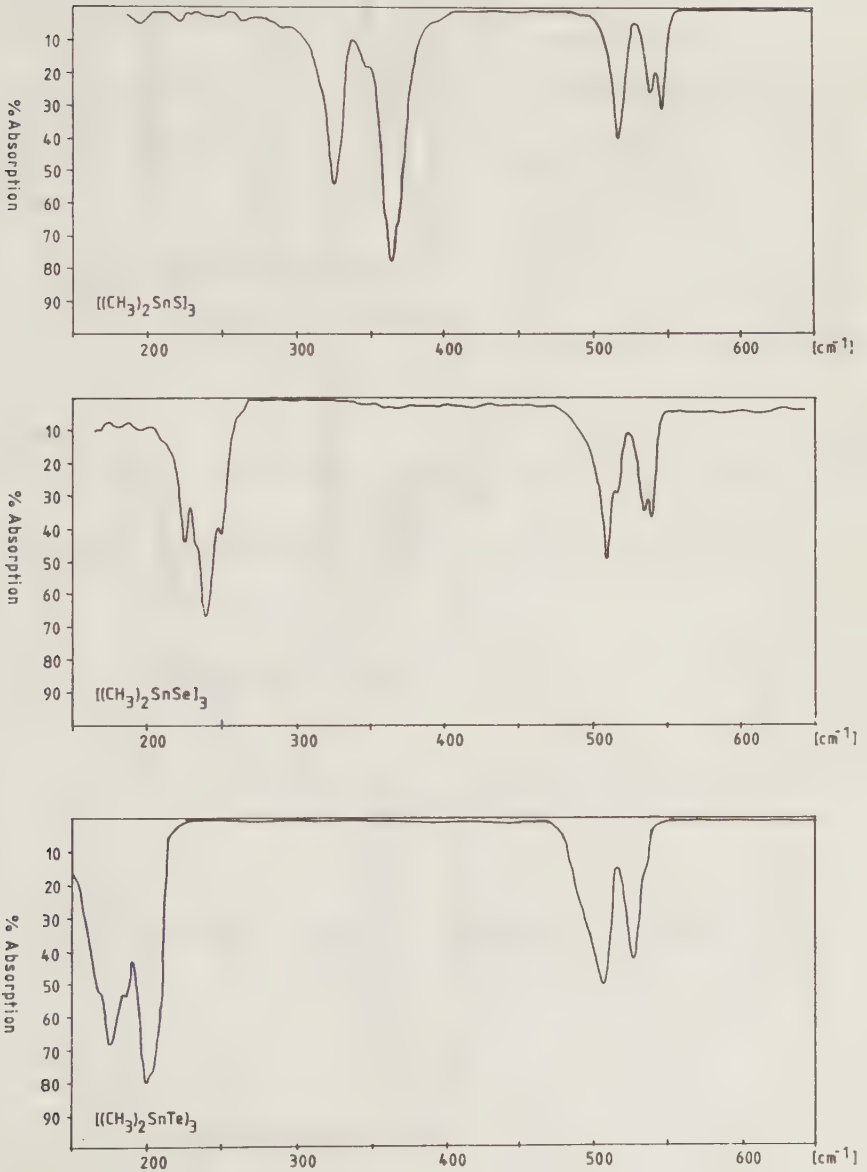
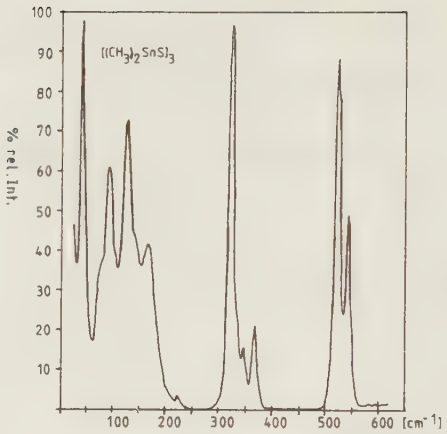
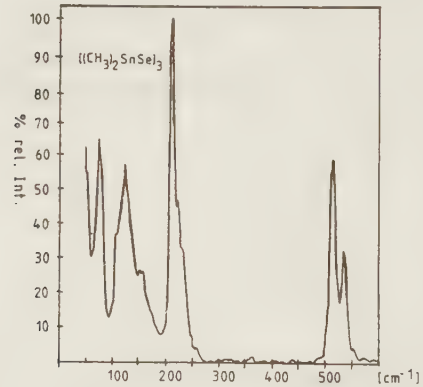


Abb. 4.3.3
Hexamethyl-
trichalkogena-
tristanninane
Ramanspektren
20 bis 600 cm^{-1}





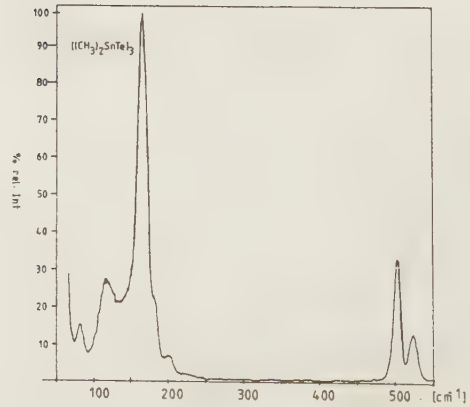


Abb. 4.3.4 Tetramethylhexachalkogenatetrastannaadamantane

Infrarotspektren 20 bis 200 cm^{-1}

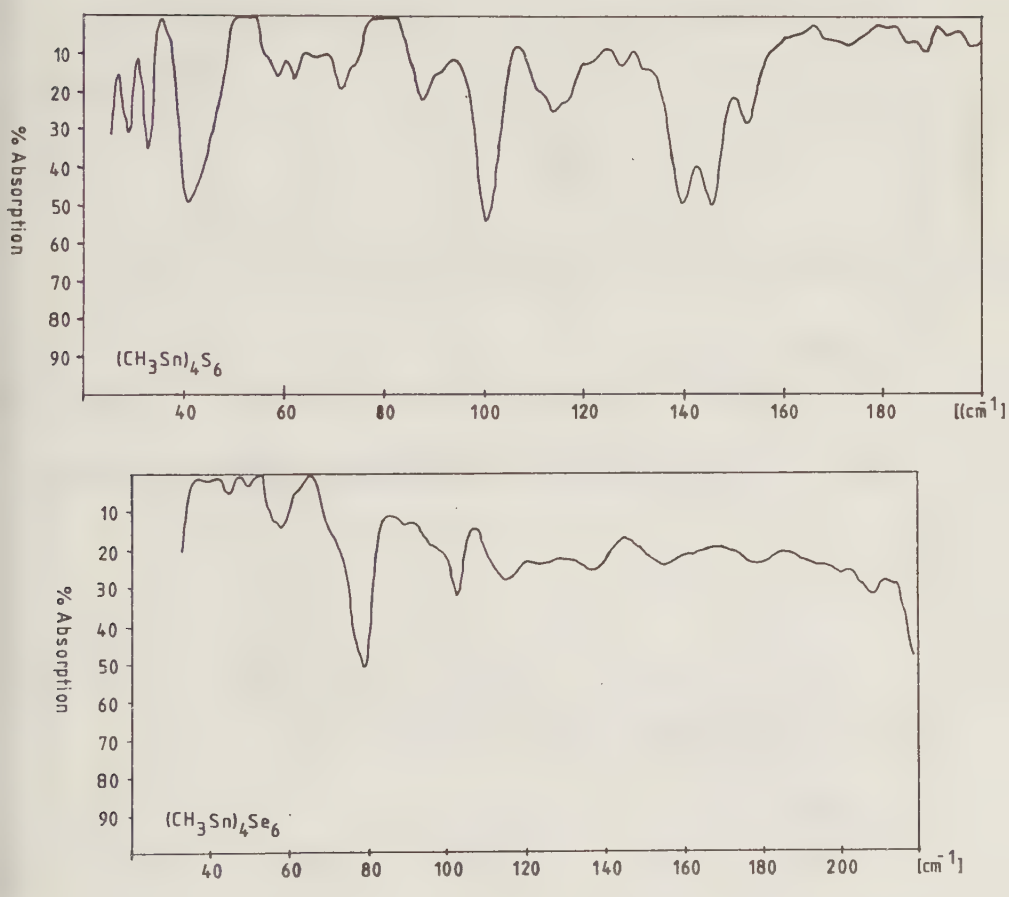


Abb. 4.3.5 Tetramethylhexachalkogenatetrastannaadamantane

Infrarotspektren 200 bis 600 cm^{-1}

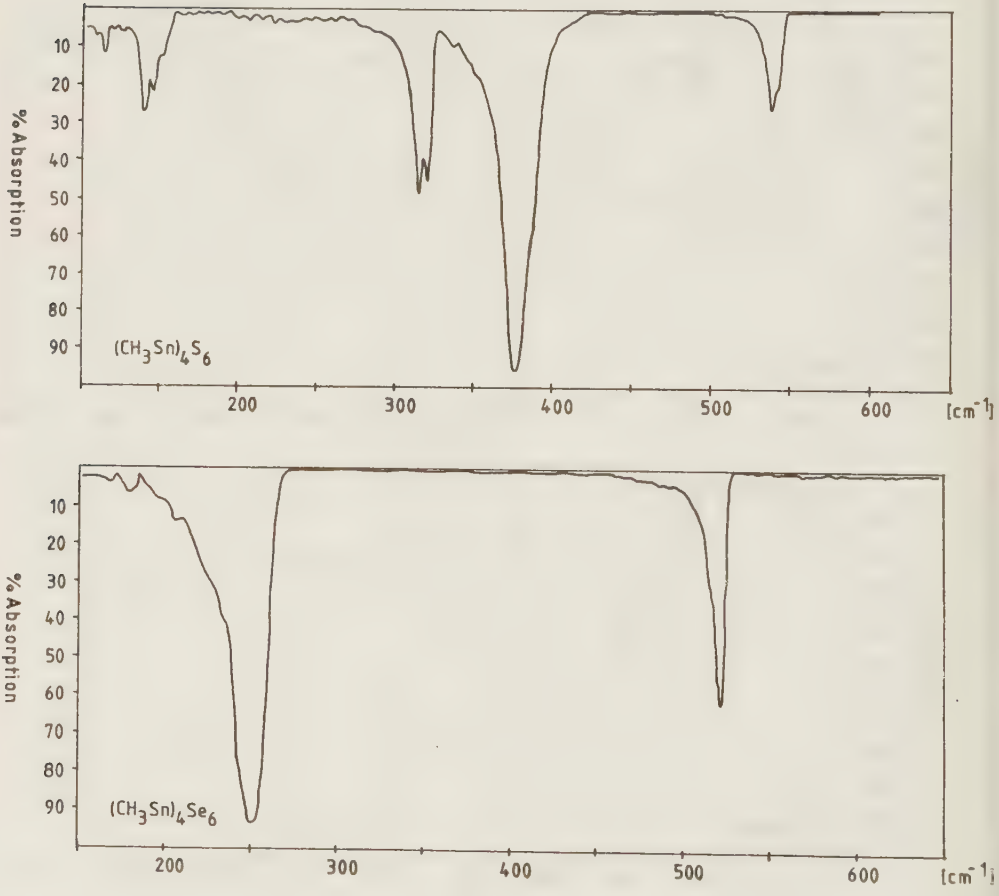
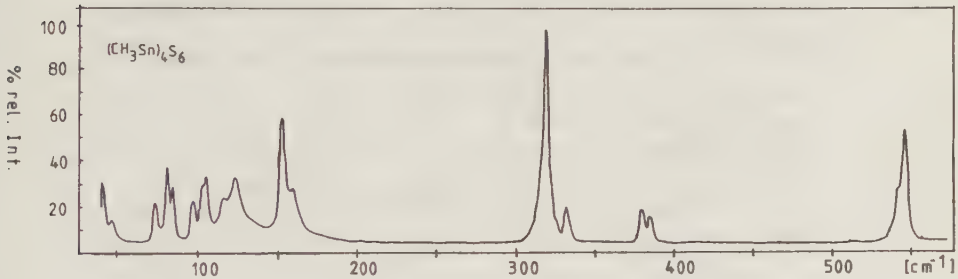


Abb. 4.3.6 Tetramethylhexachalkogenatetrastannaadamantane

Ramanspektren 20 bis 600 cm^{-1}



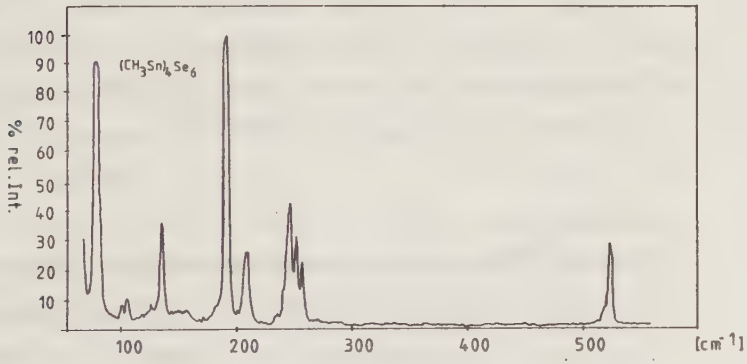


Tabelle 4.3.1

$[(CH_3)_2SnX]_3$, (X=S,Se,Te) und $(CH_3Sn)_4X_6$, (X=S,Se), innere CH_3-Schwingungen (IR) 3000-700 cm^{-1} *

	$[(CH_3)_2SnX]_3$			$(CH_3Sn)_4X_6$	
Zuordnung:	X=S	X=Se	X=Te	X=S	X=Se
ν_{as} CH_3	2990 w	2990 m	2990 m		
ν_s CH_3	2900 m	2900 m	2900 s	2900 w	2900 w
δ_{as} CH_3	1390 vw	1390 sh	1380 s	1390 m	1380 m
	1380 vw	1380 w	1370 sh	1375 sh	1375 sh
δ_s CH_3	1190 m	1185 w	1176 s	1180 sh	1175 sh
	1180 m	1177 m	1170 s	1175 m	1169 m
	1170 s	1168 s	1165 sh		
ϱ CH_3	785 sh	775 sh	780 sh	775 sh	770 sh
	765 vs	760 vs	760 vs	760 vs	760 vs

* Der Bereich von 700 - 20 cm^{-1} ist in den Tab. 4.3.3, 4.3.4, 4.3.5 sowie 4.3.8 und 4.3.9 aufgelistet.

Diese Verschiebung wird beispielhaft aufgezeigt an $[(CH_3)_2SnX]_3$: X = S: 545, 515; X = Se: 538, 509; X = Te: 535, 507 cm^{-1}. Sie läßt sich möglicherweise, analog MATHIASCH [99] für Organozinnhalogenide, mit der abnehmenden Elektronegativität vom S zum Te erklären.

Die im fernen Infrarot auftretenden Zinn-Chalkogenringvalenzschwingungen liegen je nach Atomgewicht des Chalkogens zwischen 370 cm^{-1} (X = S) und 160 cm^{-1} (X = Te) und überlappen damit nahezu mit den gekoppelten Deformations- und Torsionsschwingun-

gen der $(CH_3)_2Sn$ - Einheiten, deren Bereich bei 70 cm^{-1} nahtlos in den Ringdeformationsbereich übergeht.

Im Bereich $\lesssim$ 100 cm^{-1} sind auch Gitterschwingungen zu erwarten, die als intermolekulare Schwingungen innerhalb der Elementarzelle beschrieben werden können. HERBER [72] ermittelt für $[(CH_3)_2SnS]_3$ im Raman-Emissionsbereich von 200 bis 20 cm^{-1} eine intermolekulare Gitterschwingung bei 27,5 cm^{-1}. Mit Hilfe des EVM (effective vibrating mass) Modells, auf das hier nicht näher eingegangen werden soll, berechnet er eine effektive Masse von 552 (MW: 542). Mit zunehmender Masse sollten die entsprechenden Gitterschwingungen der beiden anderen heteroanalogen Hexamethyltrichalkogenatristanninane bei noch kleineren Frequenzen zu erwarten sein [G1]

Eine Zuordnung der Schwingungsspektren der Methylzinnchalkogenide beschränkte sich bisher hauptsächlich auf den Vergleich mit ähnlichen Verbindungen [15,70,94,146]. Dieses Vorgehen erweist sich für den Bereich der Sn-C, sowie der Sn-S und Sn-Se-Valenzen als relativ problemlos und praktikabel. Bei den Sn-Te-Ring-Valenzen ist eine Abgrenzung von den koppelnden Deformations- und Torsionsschwingungen der $(CH_3)_2Sn$-Einheit nur schwer möglich, daher erschien eine Klassifizierung der Schwingungen mit Hilfe von Normalkoordinatenanalysen angebracht.

4.3.1 Normalkoordinatenanalyse

Eine vollständige Normalkoordinatenanalyse liefert eine quantitative Beschreibung der Schwingungsbewegungen aller Atome oder Atomgruppen eines Moleküls. Der benutzte Satz von Kraftkonstanten beschreibt die Kräfte, die das Molekül einer Deformation entgegensetzt. Die folgende grobe methodische Skizzierung der Normalkoordinatenanalyse erfolgt in Anlehnung an die Betrachtungen von COLTHUP [C2] und FADINI [F1]. Für eine theoretische Behandlung der Molekülschwingungen nimmt man an, daß die Atome durch Punktmassen und die zwischen ihnen wirkenden Kräfte durch Federn beschrieben werden können. Damit wird das Problem zu einem mechanischen System gekoppelter Oszillatoren. Vorausgesetzt, daß bei geringer Auslenkung der Massenpunkte aus der Gleichgewichtslage die Schwingungen harmonisch erfolgen, kann die Potentialkurve durch eine Parabel angenähert werden. Die Ruhelage des Atoms läßt sich durch die kartesischen Koordinaten x, y und z oder allgemeiner für die Atome 1 bis N durch q_1, q_2, q_3, $q_4 \cdots q_{3N}$ darstellen. Mit Hilfe dieser 3N generalisierten Koordinaten q_i (i = 1, 2, ... 3N) kann die kinetische Energie T und die potentielle Energie V des schwingenden Systems durch folgende Gleichung beschrieben werden:

$$2T = \sum_{i=1}^{3N} \sum_{j=1}^{3N} (g^{-1})_{ij} \dot{q}_i \dot{q}_j = \dot{\underline{q}}' \underline{G}^{-1} \dot{\underline{q}} \qquad 4.3.1$$

$$2V = \sum_{i=1}^{3N} \sum_{j=1}^{3N} f_{ij} q_i q_j = \underline{q}' \underline{F} \underline{q} \qquad 4.3.2$$

q_i und q_j sind die Auslenkungen der Punktmasse aus der Ruhelage für die i-te und j-te Koordinate

$\dot{q} = \frac{dq}{dt}$ mit dt = Änderung der Zeit

f_{ij} = Kraftkonstanten mit $f_{ij} = f_{ji}$

$(g^{-1})_{ij}$ = Konstanten der kinetischen Energie F1

mit $(g^{-1})_{ij} = (g^{-1})_{ji}$

$\underline{\dot{q}}'\ \underline{G}^{-1}\ \underline{\dot{q}}$ und $\underline{q}'\ \underline{F}\ \underline{q}$ = Matrixschreibweise (q = einspaltig)

$\underline{G}^{-1}$ = sym. Matrix der kinetischen Energie T

$\underline{F}$ = Kraftkonstantenmatrix

$$\underline{F} = \begin{pmatrix} f_{11} & f_{12} & f_{13} & \cdots & f_{1n} \\ & f_{22} & f_{23} & \cdots & f_{2n} \\ & & f_{33} & \cdots & f_{3n} \\ & & & & \vdots \\ & & & & f_{nn} \end{pmatrix}$$

$\underline{q}'$ = transponierte Matrix von $\underline{q}$.

Für entsprechend kleine Auslenkungen und Geschwindigkeiten kann man die Koeffizienten g_{ij} und f_{ij} als unabhängig von q_i ansetzen. Durch Einsetzen von 4.3.1 und 4.3.2 in den Energiesatz 4.3.3

$$T + V = \text{const} \qquad 4.3.3$$

erhält man:

$$^1/_2\ (\underline{\dot{q}}'\ \underline{G}^{-1}\ \underline{\dot{q}} + \underline{q}'\ \underline{F}\ \underline{q}) = \text{const} \qquad 4.3.4$$

woraus sich durch Differenzieren nach der Zeit die allgemeine

Schwingungsgleichung für kleine Schwingungen ergibt:

$$\underline{G}^{-1}\,\ddot{\underline{q}} + \underline{F}\,\underline{q} = 0 \qquad 4.3.5$$

Eine mögliche Lösung für 4.3.5 ist:

$$\underline{q} = \underline{A}\sin(\sqrt{\lambda}t + \alpha) \text{ und } \ddot{\underline{q}} = -\lambda\,\underline{A}\sin(\sqrt{\lambda}t + \alpha) \qquad 4.3.6$$

$q_i = A_i \sin(\sqrt{\lambda}t + \alpha)$ ist die Gleichung einer einfachen harmonischen Bewegung mit einer Frequenz $\nu = \sqrt{\lambda}/2\pi$ [cm^{-1}], einer Maximalamplitude A_i und einer Phasenkonstante α.
Durch Einsetzen von 4.3.6 in 4.3.5 folgt ein System linearer algebraischer Gleichungen

$$(\underline{F} - \lambda\,\underline{G}^{-1})\,\underline{q} = 0 \qquad 4.3.7$$

Nur bei bestimmten λ Werten ergeben sich nicht verschwindende Lösungen für q. Die "Eigenwerte" λ hängen über

$$\lambda = 4\pi^2\nu^2 \qquad 4.3.8$$

mit den Wellenzahlen ν [cm^{-1}] der Grundschwingungen des Moleküls zusammen und erfüllen die Säkulargleichung:

$$\det(\underline{F} - \lambda\,\underline{G}^{-1}) = 0 \qquad 4.3.9$$

Normalkoordinatenberechnungen nach der Säkulargleichung 4.3.9 basieren auf der "F, G - Matrix Methode" von WILSON, DECIUS und CROSS [W 1]

Nach den Regeln der Matrizenrechnung kann 4.3.9 geschrieben werden:

$$\det(\underline{F}\cdot\underline{G} - \lambda\,\underline{E}) = \det(\underline{G}\cdot\underline{F} - \lambda\,\underline{E}) = 0 \qquad 4.3.10$$

mit $\underline{E}$ = Einheitsmatrix.

Die Determinante enthält neben den aus den Schwingungsspektren zu entnehmenden Eigenwerten λ (vgl. Gl. 4.3.8) in der Matrix $\underline{G}$ die Massen, Winkel und Abstände der Atome, die das Molekül bilden, während die $\underline{F}$-Matrix aus den zu berechnenden Kraftkonstanten besteht. Die Werte der Koeffizienten $(g^{-1})_{ij}$ und f_{ij} werden durch die gewählten Koordinaten bestimmt. Wählt man an Stelle von 3N generalisierten Koordinaten 3N - 6 innere Koordinaten, so werden nur noch die inneren Schwingungen, aber nicht mehr die Translationen und Rotationen des Gesamtmoleküls beschrieben. Diese besitzen dann die Frequenz 0. Die inneren Koordinaten beschreiben solche Bewegungen der Atome im Molekül, die die Lage des Schwerpunktes nicht beeinflussen. Zur Transformation der generalisierten Koordinatenmatrix $\underline{q}$ in die innere Koordinatenmatrix $\underline{R}$ dient die Transformationseigenvektormatrix $\underline{L}$:

$$\underline{R} = \underline{L} \cdot \underline{q} \qquad 4.3.11$$

Nach 4.3.7 und 4.3.11 wird damit die Säkulargleichung zu:

$$\underline{G} \cdot \underline{F} \cdot \underline{L} = \underline{L} \cdot \underline{\Lambda} \qquad 4.3.12$$

mit $\underline{\Lambda}$ = Diagonalmatrix der Frequenzeigenwerte.

Im Modell des Allgemeinen Valenzkraftfeldes (GVFF) sind die Diagonalelemente der Kraftkonstantenmatrix (f_{11}, f_{22}, ... f_{NN}) die Valenz- und Deformationskraftkonstanten, während die Nichtdiagonalglieder die Wechselwirkungskonstanten zwischen diesen darstellen. Die Säkulargleichung 4.3.12 kann mit Hilfe

verschiedener Methoden nach den Eigenwerten λ der Diagonalmatrix $\underline{\Lambda}$ aufgelöst werden[59,63,135,136]. Bei Kenntnis der Kraftkonstanten eines bestimmten Moleküls kann so die Zuordnung der Grundschwingungen festgelegt werden. Im allgemeinen werden aber bei erfolgter Schwingungszuordnung die Koeffizienten der F-Matrix gesucht. Dies führt zu der Schwierigkeit, daß bei n gegebenen Eigenwerten und symmetrischer F-Matrix n(n+1)/2 Kraftkonstanten zu berechnen sind, wobei n = 3N - 6. Mit zunehmender Größe des betrachteten Moleküls wird der Rechenaufwand entsprechend größer. Es wurden mehrere Verfahren zu Ermittlung von Kraftkonstanten mit Hilfe von Computern beschrieben[7,35,57,135,137,F1]. Alle gehen von angenommenen Kraftkonstanten aus, die in einem Iterationsverfahren solange variiert werden, bis die berechneten Normalschwingungen möglichst gut mit den experimentell gefundenen übereinstimmen. Dabei wird die Säkulargleichung 4.3.12 nach den Eigenwerten λ aufgelöst.

In dem hier benutzten Rechenprogrammsystem von SCHACHTSCHNEIDER[59,136,137] wird der anfängliche Kraftkonstantensatz mit Hilfe einer Kleinste-Fehlerquadrateannäherung verfeinert, bis die berechneten Frequenzen sich an die gemessenen anpassen. Die Korrektur der ursprünglichen F_o - Matrix steht wie folgt mit den Frequenzfehlern in Beziehung:

$$\Delta\lambda_i = \sum_k \sum_l (L_o)_{ki} (L_o)_{li} \Delta F_{kl} \qquad 4.3.13$$

wobei $\Delta\lambda_i$ = Differenz zwischen gemessenem und berechnetem Eigenwert und

$\Delta\lambda_i = \sum_{j=1,n} w(\lambda_i^{exp} - \lambda_i^{ber})$ mit w als Gewichtsfunktion;

$(L_o)_{ki}$ = Elemente der Normalkoordinatentransformation für die Säkulargleichung 0. Ordnung (vgl. Gleichung 4.3.11)

$$\underline{G}\cdot\underline{F}_o\cdot\underline{L}_o = \underline{L}_o\,\underline{\Delta}_o \qquad 4.3.14$$

Die Elemente der F-Matrix werden gewöhnlich durch die Transformation

$$\Delta F_{kl} = \sum_j Z_{kl}^j\,\Delta\Phi_j \qquad 4.3.15$$

als Funktion von Φ ausgedrückt, wobei Φ_j die generalisierten Kraftkonstanten sind.

Damit wird 4.3.13 zu

$$\Delta\lambda_i = \sum_k \sum_l \sum_j (L_o)_{ki}\,(L_o)_{li}\,Z_{kl}^j\,\Delta\Phi \qquad 4.3.16$$

Die Ausdrücke $\sum_k \sum_l (L_o)_{ki}\,(L_o)_{li}\,Z_{kl}^j$ können als Elemente $(JZ)_{ij}$ einer Matrix $\underline{J\,Z}$ der Dimension n x m angesehen werden, wobei n die Anzahl der Schwingungsfrequenzen und m die Anzahl der unabhängigen Kraftkonstanten in der angenommenen Potentialfunktion ist. Gleichung 4.3.16 als Matrix geschrieben lautet:

$$\Delta\underline{\Lambda} = \underline{J\,Z}\,\Delta\underline{\Phi} \qquad 4.3.17$$

Auf Grund des möglichen experimentellen Fehlers ist das System der Gleichungen 4.3.17 nicht konsistent. Deshalb werden die sukzessiven Verfeinerungen der Matrix Φ durch kleinste Fehlerquadrateangleichung vorgenommen, um das Abweichungsquadrat zwi-

schen beobachteter und berechneter Frequenz zu minimieren.

Jeder Frequenz können Gewichte zugeordnet werden, die in der diagonalen P-Matrix zusammengefaßt sind. Das gewichtete Quadrat des Fehlers ist dann:

$$S^2(\lambda) = (\Delta\underline{\Lambda} - \underline{J\,Z}\,\Delta\underline{\Phi})'\,\underline{P}\,(\Delta\underline{\Lambda} - \underline{J\,Z}\,\Delta\underline{\Phi}) \qquad 4.3.18$$

Ist die Anzahl n der Schwingungsfrequenzen größer als die Anzahl m der unabhängigen Kraftkonstanten Φ, so ergibt sich die folgende Lösung für die gewichtete Kleinste-Fehlerquadratgleichung:

$$(\underline{J\,Z})'\,\underline{P}\,\Delta\underline{\Lambda} = (\underline{J\,Z})'\,\underline{P}\,(\underline{J\,Z})\,\Delta\underline{\Phi} \qquad 4.3.19$$

Damit ist

$$\Delta\underline{\Phi} = [(\underline{J\,Z})'\,\underline{P}\,(\underline{J\,Z})]^{-1}\,(\underline{J\,Z})'\,\underline{P}\,\Delta\underline{\Lambda} \qquad 4.3.20$$

4.3.18 wird dann zu

$$S^2(\lambda) = S_o^{\,2}(\lambda) - \underline{D}'\,\underline{C}^{-1}\,\underline{D} \qquad 4.3.21$$

wobei

$$\underline{C} = (\underline{J\,Z})'\,\underline{P}\,(\underline{J\,Z}) \qquad 4.3.22$$

$$\underline{D} = (\underline{J\,Z})'\,\underline{P}\,\Delta\underline{\Lambda} \qquad 4.3.23$$

und

$$S_o^{\,2} = \Delta\underline{\Lambda}'\,\underline{P}\,\Delta\underline{\Lambda} \qquad 4.3.24$$

$S_o^{\,2}$ ist das Quadrat des Fehlers vor der Verfeinerung der Kraftkonstanten. Damit ergibt sich die Standardabweichung der Elemente von Φ zu

$$\sigma^2(\varphi) = c_{ii}^{-1}\,\sigma^2(\lambda) \qquad 4.3.25$$

mit $$\sigma^2(\lambda) = S^2(\lambda)/(n-f) \qquad 4.3.26$$

wobei n = Anzahl der Frequenzen und f = Anzahl der Kraftkonstanten.

Neben den Kraftkonstanten, ihren Standardabweichungen und den daraus berechneten Frequenzen kann dem Rechenprogrammsystem von SCHACHTSCHNEIDER [137] die Verteilung der potentiellen Energie (P.E.) entnommen werden. Diese Energieverteilung zwischen den Elementen von Φ wird für jede Normalschwingung berechnet mit:

$$\underline{P.E.} = \underline{\Lambda}^{-1}\,\underline{J}\,\underline{Z}\,\underline{\Phi} \qquad 4.3.27$$

Üblicherweise [29] erfolgt die Angabe als:

$$P.E._{ik} = J_{ik}\,Z_{ik}\,\Phi_k\,(100/\lambda_i) \qquad 4.3.28$$

wobei $P.E._{ik}$ die prozentuale Verteilung der potentiellen Energie einer Schwingung in Bezug auf die inneren Koordinaten angibt.

4.3.1.1 Kartesische und innere Koordinaten

Die kinetische Energie T unseres Punktsystems läßt sich formal, außer in den schon erwähnten generalisierten Koordinaten q, in inneren, in kartesischen, in Symmetrie- oder in sonstigen Koordinaten beschreiben, von denen hier nur die inneren und die kartesischen Koordinaten berücksichtigt werden sollen. Eine dreidimensionale Röntgenstrukturanalyse ergibt die Lageparameter eines Moleküls in Koordinaten der Elementarzelle, die in kartesische Koordinaten umgewandelt werden können. Die erhaltenen kartesischen Koordinaten der Gleichgewichtslagen der Atome sind Elemente der X-Matrix.
In kartesischen Koordinaten ausgedrückt ist die kinetische Energie T:

$$2\,T = \sum_{i=1}^{3N} m_i \dot{x}_i^2 = \underline{\dot{X}}'\underline{M}\underline{\dot{X}} \qquad 4.3.29$$

mit $\dot{x}_i = \frac{dx_i}{dt}$ = zeitl. Änderung des Abstandes (kart. Auslenkung)

$\underline{X}'$ = transponierte Matrix von $\underline{X}$

und $\underline{M}$ = diagonale Massenmatrix mit den Koeffizienten m_i.

Die potentielle Energie V ist:

$$2\,V = \underline{X}'\,\underline{F}_x\,\underline{X} \qquad 4.3.30$$

wobei $\underline{F}_x$ = Kraftkonstantenmatrix in kartesischen Koordinaten. Die Kraftkonstanten sind nur in inneren Koordinaten physikalisch sinnvoll erklärbar. Um die potentielle Energie im kartesischen Raum zu beschreiben, ist es notwendig folgende Transformation durchzuführen [F1]:

$$\underline{R} = \underline{B} \cdot \underline{X} \qquad 4.3.31$$

$\underline{R}$ = innere Koordinatenmatrix, $\underline{B}$ = Transformationsmatrix

Damit wird $\underline{F}_x$ zu

$$\underline{F}_x = \underline{B}' \, \underline{F} \, \underline{B} \qquad 4.3.32$$

Die Säkulargleichung kann geschrieben werden als:

$$(\underline{M}^{-1/2} \, \underline{B}' \, \underline{F} \, \underline{B} \, \underline{M}^{-1/2}) \, \underline{C} = \underline{C} \, \underline{\Lambda} \qquad 4.3.33$$

$\underline{C}$ = orthogonale Transformationsmatrix

Multipliziert man Gleichung 4.3.33 mit $\underline{B} \cdot \underline{M}^{-1/2}$ von links, so ergibt sich:

$$\underline{B} \cdot \underline{M}^{-1} \, \underline{B}' \, \underline{F} \, (\underline{B} \, \underline{M}^{-1/2} \, \underline{C}) = (\underline{B} \, \underline{M}^{-1/2} \, \underline{C}) \, \underline{\Lambda} \qquad 4.3.34$$

Vergleicht man nun die Säkulargleichung für kartesische Koordinaten 4.3.34 mit der für innere Koordinaten 4.3.12,

$$\underline{G} \, \underline{F} \, \underline{L} = \underline{L} \, \underline{\Lambda} \qquad 4.3.12$$

so ergibt sich $\underline{L}$ = Transformationseigenvektormatrix zu:

$$\underline{L} = \underline{B} \, \underline{M}^{-1/2} \, \underline{C} \qquad 4.3.35$$

und

$$\underline{G} = \underline{B} \, \underline{M}^{-1} \, \underline{B}' \qquad 4.3.36$$

Das Rechenprogramm GMAT [137] generiert die Transformationsmatrixen $\underline{B}$ und $\underline{L}$ sowie die G-Matrix nach den Beziehungen 4.3.31, 4.3.35 und 4.3.36 .

Bei Benutzung von inneren Koordinaten werden die Translationen und Rotationen des Moleküls nicht berücksichtigt. Die F-Matrix-

Elemente in Abhängigkeit von inneren Koordinaten sind, wie schon erwähnt, einfacher interpretierbar, da sie so als Valenz- und Deformationskraftkonstanten direkte physikalische Bedeutung erlangen. Damit wird es erforderlich, die Schwingungen als Änderungen der Bindungslängen (r), Bindungswinkel (φ), Torsionswinkel (τ) und "out-of-plane bending" (γ) zu beschreiben[40,C2,F1]. Diese inneren Koordinaten r, φ, τ und γ sind Elemente der $\underline{R}$-Matrix (vgl. Gleichung 4.3.11). Für ein lineares dreiatomiges Molekülfragment (180° Winkel) wird noch die zusätzliche Beugungskoordinate φ' eingeführt. Weiter ist zu berücksichtigen, daß eine Torsion nur auftreten kann, wenn der Gleichgewichtszustand eines Diederwinkels verändert wird. Hierbei sind vier Atome 1, 2, 3, 4 nicht linear miteinander verbunden, von den Atomen 1, 2, 3 und von den Atomen 2, 3, 4 werden zwei Ebenen gebildet, die sich unter dem Diederwinkel schneiden. Die "out-of-plane" Beugeschwingung ist nur zu beobachten, wenn 3 oder mehr koplanare Bindungen in einem Atom zusammentreffen (Beispiel sp_2-hybridisierter Kohlenstoff).

Nach einer Methode von DECIUS [40] läßt sich die Zahl der inneren Koordinaten ($r, \varphi, \varphi', \tau, \gamma$) wie folgt zusammenstellen.

Jedes Atom i der N-Atome besitzt eine Multiplizität m_i, mit

m_i = Summe der Bindungen, die dieses Atom eingeht, ohne Berücksichtigung der Bindungsart. Das Atom i ist mit dem Atom j verbunden.

$n[r]$ = Anzahl der Bindungen

$n[\varphi']$ = Anzahl der Atome mit 180° Bindungswinkel

$n[\tau]$ = Anzahl der nichtterminalen Bindungen - $n[\varphi']$

Die maximale Zahl der τ Koordinaten beträgt [F1] :

$$n_{max}[\tau] = {}^1/_2 \sum_{i=1}^{N} \left[(m_i-1) \sum_{j=1}^{m_i} (m_j-1)\right]$$

$$n[\varphi] = \sum_{i=1}^{N} 2m_i-3 \text{ (für jedes nichtendständige Atom)}$$

(Ausnahme: sind alle Bindungen eines Atoms koplanar, dann sind für dieses Atom m_i-2 γ-Koordinaten und nur m_i-1 φ'-Koordinaten zu erwarten.) Die maximale Zahl der φ'-Koordinaten ist gleich $n_{max}[\varphi'] = m_i(m_i-1)/2$. Für kettenförmige Verbindungen ergeben sich so 3N-6 linear unabhängige Koordinaten. (N = Zahl der Atome). Bei cyclischen Verbindungen besteht der Satz aus 3N-6 unabhängigen Koordinaten plus 6 μ cyclisch redundanten Koordinaten, wobei μ die Zahl der Bindungen ist, die man trennen muß, um eine kettenförmige Struktur zu erhalten.

4.3.1.2 Kraftfeld und Abschätzung von Kraftkonstanten

Eine vollständige Beschreibung des allgemeinen Valenzkraftfeldes (GVFF) erfordert im allgemeinen Fall eines unsymmetrischen Moleküls n(n+1)/2 Kraftkonstanten, wobei n die Anzahl der inneren Koordinaten ist. Hierbei werden die zwischen chemisch gebundenen Atomen auftretenden Kräfte , die einer Bindungs- oder Winkeldeformation im Molekül entgegenwirken und die damit verbundenen Wechselwirkungen berücksichtigt.

Die einzelnen CH_3-Gruppen der hier betrachteten Verbindungen werden als schwingende Einheiten mit der relativen Punktmasse 15 angenommen. Nach einer Untersuchung von SIEBERT[156] führt dies zu keiner nennenswerten Beeinträchtigung der Ergebnisse.

Die Hexamethyltrichalkogenatristanninane enthalten somit 12 Atome und können durch 30 unabhängige innere Koordinaten beschrieben werden, die wiederum 465 Kraftkonstanten erfordern. Mit 30 beobachtbaren Normalschwingungen ist das Gleichungssystem hoffnungslos unterbestimmt und mathematisch nicht lösbar. Deshalb ist es nötig, das allgemeine Kraftfeld zu vereinfachen. Die Berücksichtigung der gegebenen Molekülsymmetrien führt zu einer Verringerung der Bestimmungsgrößen. Eine weitere Vereinfachung ist die Vernachlässigung einzelner Wechselwirkungskräfte; die nach SAWODNY[63] physikalisch lediglich als Korrekturglieder zu verstehen sind. So werden alle Wechselwirkungsglieder, die keine Valenz-Valenz-Schwingungskopplungen über ein gemeinsames Atom darstellen, gleich 0 gesetzt.

Die nach den oben angegebenen Vereinfachungen verbleibenden Kraftkonstanten, deren Anzahl die der beobachteten Frequenzen nicht überschreitet, sind in der Φ-Matrix zusammengefaßt. Die Elemente der F-Matrix werden durch die Z-Matrix-Elemente als ein unabhängiger Satz von Kraftkonstanten Φ_L definiert (vgl. Gleichung 4.3.15), das heißt, die Z-Matrix gibt an, welche Kraftkonstante mit welcher inneren Koordinate in Beziehung steht.

Wie schon angedeutet, geht das Rechenverfahren von SCHACHTSCHNEIDER [137] von zumindest näherungsweise bekannten Kraftkonstanten aus, die angepaßt werden, bis die berechneten Schwingungen möglichst gut mit den gemessenen übereinstimmen. Damit ist es notwendig, die Startwerte der Kraftkonstanten mit Hilfe empirischer Verfahren [63] oder einer Abschätzung nach dem Dreimassenmodell [C2] zu ermitteln. Das empirische Verfahren von SIEBERT [157,S2], sowie das Dreimassenmodell sollen im folgenden kurz erläutert werden.

Die Beziehung von SIEBERT [157] lautet:

$$f^*_{XY} = 7.20 \frac{Z_X \cdot Z_Y}{n^3_X \cdot n^3_Y} \qquad 4.3.37$$

mit Z_i = Kernladungszahl

und n_i = Hauptquantenzahl der Valenzelektronen des Atoms i.

Die so erhaltenen Größen ergeben Valenzkraftkonstanten f^* für ideale sp^3-Hybridisierung. Der Vorteil dieser Formel 4.3.37 ist, daß keine experimentellen Daten wie Bindungslängen und Bindungswinkel benötigt werden.

Wendet man das klassische Schwingungsmodell des harmonischen Oszillators auf ein gewinkeltes dreiatomiges Molekül des Typs Y-X-Y an (Dreimassenmodell), so kann man bei Kenntnis des Bindungswinkels und der symmetrischen, sowie der asymmetrischen Valenzschwingung die Valenzkraftkonstante abschätzen [C 2] . Die Schwingungsfrequenz ν (in cm^{-1}) eines zweiatomigen Oszillators, bei dem die Kerne als Massepunkte und die Bindungen als masselose Federn angesehen werden, ist gegeben durch:

$$\nu = \frac{\sqrt{N_L \cdot 10^5}}{2\pi c} \sqrt{f_{XY}\left(\frac{1}{m_1} + \frac{1}{m_2}\right)} \qquad 4.3.38$$

mit f = Kraftkonstante in $(N\ m^{-1})$, m_i = relative Masse des Atoms i, N_L = Avogadrosche Zahl, c = Lichtgeschwindigkeit. Das gewinkelte Molekül YXY läßt sich annähernd auch durch zwei gekoppelte zweiatomige Oszillatoren mit ungleichartigen Kräften zwischen den Massepunkten ansehen. Die resultierende Kraft an X in Bindungsrichtung beträgt für eine unsymmetrische Streckung: $f\ (1 - \cos \alpha)$ und für eine symmetrische Streckung: $f\ (1 + \cos\alpha)$. Für kleine Auslenkungen des gewinkelten dreiatomigen Moleküls ohne Änderung des Bindungswinkels α (Voraussetzung), wird 4.3.38 zu

$$\nu_{asym} = k \sqrt{f_{XY}\left(\frac{1}{m_Y} + \frac{1 - \cos\alpha}{m_X}\right)} \qquad 4.3.39$$

$$\nu_{sym} = k \sqrt{f_{XY}\left(\frac{1}{m_Y} + \frac{1 + \cos\alpha}{m_X}\right)} \qquad 4.3.40$$

$$k = \frac{\sqrt{N_L \cdot 10^5}}{2\pi c} = 1303 \qquad 4.3.41$$

damit ist f_{XY} nach 4.3.39

$$f_{XY} = \left(\frac{\nu_{asym}}{k}\right)^2 : \left(\frac{1}{m_Y} + \frac{1 - \cos\alpha}{m_X}\right) \qquad 4.3.42$$

und nach 4.3.40

$$f_{XY} = \left(\frac{\nu_{sym}}{k}\right)^2 : \left(\frac{1}{m_Y} + \frac{1 + \cos\alpha}{m_X}\right) \qquad 4.3.43$$

Die mit Hilfe der Gleichungen 4.3.37 sowie der Mittelwert der mit 4.3.42 und 4.3.43 abgeschätzten Valenzkraftkonstanten der drei Hexamethyltrichalkogenatristanninane sind in Tabelle 4.3.2 zusammengefaßt.

Ebenso können die Deformationskraftkonstanten abgeschätzt werden, wenn die XY_2 Gruppe mit dem Rest des Moleküls durch zwei X-Z Bindungen verknüpft ist und die Frequenz der X-Y Beugeschwingung deutlich größer ist als die Frequenz der X-Z Valenzschwingung. während der XY_2 Deformation schwingen so nur die Y Atome merklich. Ferner sollte die XY_2 Deformationsfrequenz beträchtlich kleiner sein, als die X-Y Valenzfrequenz, wobei sich in guter Näherung die X-Y Bindungslänge während der XY_2 Beugeschwingung nicht ändert.

Für das hier zu betrachtende Beispiel der Hexamethyltrichalko-

genatristanninane sind diese Annahmen kaum erfüllt, dies ist auch an der eingangs erwähnten Kopplung der Deformationsschwingungen zu erkennen. Andererseits ist es günstiger, grob abgeschätzte Deformationskraftkonstanten anzupassen, als diese vom Wert 0 (Nm^{-1}) ausgehend generieren zu lassen [35].

Wenn also die X-Y Bindungen als starr angesehen werden können, gilt nach COLTHUP [C 2] für die Deformationsschwingung des isolierten XY_2-Modells folgende Beziehung:

$$\nu_{Def} = k\sqrt{\frac{2\, f_{YXY}}{l^2}\left(\frac{1}{m_Y} + \frac{1 - \cos\alpha}{m_X}\right)} \qquad 4.3.44$$

k vgl. 4.3.41

f_{YXY} = Deformationskraftkonstante

l = Länge der X-Y Bindung

damit ist

$$f_{YXY} = \left(\frac{\nu_{Def}\ 1}{k}\right)^2 : 2\left(\frac{1}{m_Y} + \frac{1 - \cos\alpha}{m_X}\right) \qquad 4.3.45$$

Die mit 4.3.45 ermittelten Deformationskraftkonstanten sind ebenfalls in Tabelle 4.3.2 enthalten.

Bei den Abschätzungen nach 4.3.42/43 bzw. 4.3.45 wurde die CH_3-Gruppe als Massepunkt mit der relativen Masse 15 berücksichtigt. Die in Tabelle 4.3.2 angegebenen Werte dienten als Startwerte für die Kraftkonstantenverfeinerung der Normalkoordinatenanalyse.

Tabelle 4.3.2 Abschätzung der Valenz- und Deformationskraftkonstanten

Verbindung	Atome YXY	Kraftkonstanten ($N\ m^{-1}$) f^*_{XY}	f_{XY}	f_{YXY}
$[(CH_3)_2SnS]_3$	Sn-S	171	174	
	S-Sn-S			45
	Sn-CH_3	216	220	
	CH_3-Sn-CH_3			36
$[(CH_3)_2SnSe]_3$	Sn-Se	153	157	
	Se-Sn-Se			43
	Sn-CH_3	216	216	
	CH_3-Sn-CH_3			26
$[(CH_3)_2SnTe]_3$	Sn-Te	120	129	
	Te-Sn-Te			33
	Sn-CH_3	216	211	
	CH_3-Sn-CH_3			24

f^*_{XY} = Valenzkraftkonstante abgeschätzt nach SIEBERT (4.3.37)

f_{XY} = Valenzkraftkonstante abgeschätzt nach dem Dreimassenmodell (4.3.42 und 4.3.43)

f_{YXY} = Deformationskraftkonstante abgeschätzt nach dem Dreimassenmodell (4.3.45)

4.3.2 Hexamethyltrichalkogenatristanninane

Die Tabellen 4.3.3, 4.3.4 und 4.3.5 enthalten die gemessenen Frequenzen der Hexamethyltrichalkogenatristanninane. Für die Moleküle mit N = 12 Atomen (3Sn, 3X und $6CH_3$; X = S, Se, Te) sind 3N - 6, also 30 Normalschwingungen zu erwarten. Die in einer früheren Arbeit [15,100] aus Schwingungsdaten vorhergesagte Molekülsymmetrie konnte inzwischen durch Röntgenstrukturanalysen bestätigt werden [16,46,111]. Für die Punktgruppe C_2 ergeben sich 15 Schwingungen der Rasse A (symmetrisch in Bezug auf die zweizählige Achse) und 15 Schwingungen der Rasse B (antisymmetrisch in Bezug auf die zweizählige Achse), beide sind sowohl infrarot- als auch ramanaktiv. Die 30 Normalschwingungen enthalten 12 reine Ringschwingungen (6A und 6B). Auf Grund zufälliger Entartung oder zu geringer Aufspaltung werden weniger als 30 Banden beobachtet. Die Zuordnung erfolgte analog zu den Bis(trimethylzinn)chalkogeniden in Anlehnung an die Ergebnisse von KRIEGSMANN [93,94], SCHUMANN [146,148, 149,150] und einer früheren Arbeit [15].

Wie aus Abschnitt 4.3.1.1 ersichtlich, ergeben sich für die drei heteroanalogen Hexamethyltrichalkogenatristanninane ohne Berücksichtigung der Symmetrie und unter vereinfachender Betrachtung der CH_3-Gruppe als Massepunkt jeweils folgende maximale Anzahl innerer Koordinaten, die in Tabelle 4.3.6 zusammengestellt sind.

12 Valenzkoordinaten, r (Code 1, Nr. 1 - 12)

21 Deformationskoordinaten, φ (Code 2, Nr. 13 - 33)

18 Torsionskoordinaten, τ (Code 4, Nr. 34 - 51)

51 innere Koordinaten

Tab. 4.3.3 $[(CH_3)_2SnS]_3$ gemessene und berechnete Frequenzen sowie Verteilung der potentiellen Energie auf innere Koordinaten (Nr. vgl. Tab. 4.3.6)

| IR cm^{-1} | RE cm^{-1} | $\nu_{ber.}$ cm^{-1} | Verteilung der potentiellen Energie (%) auf innere Koordinaten | | |

Tab. 4.3.4 $[(CH_3)_2SnSe]_3$ gemessene und berechnete Frequenzen sowie Verteilung der potentiellen Energie auf innere Koordinaten (Nr. vgl. Tab. 4.3.6)

IR cm^{-1}	RE cm^{-1}	$\nu_{ber.}$ cm^{-1}	Verteilung der potentiellen Energie (%) auf innere Koordinaten														
			X1-Sn2'	Sn2'-X2'	X2'-Sn1	Sn1-X2	X2-Sn2	Sn2-X1	Sn2'-C3'	Sn2'-C2'	Sn1-C1	Sn1-C1'	Sn2-C3	Sn2-C2	C3'-Sn2'-C2'	C1-Sn1-C1'	C3-Sn2-C2
			1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	31	32	33
538.5s	539 s	538.5							44	7			43	6			
		538.5							43	6			44	7			
533 s	535 sh	533.0									50	50					
514.9sh	516 vs	514.9									49	49					
508.6vs	509 s	508.6							5	43			6	43			
		508.5							6	43			6	43			
249 sh	249 w	249.4	20	24			24	20									
		248.9	37	13			13	37									
238 vs	238 m	237.9			45	45											
230 sh	230 m	229.7	12	31			31	12									
224 s	224 m	224.0	19	17			17	19									
211 sh	211 vs	211.1			35	35										6	
	156 m	155.7														70	
	153 sh	153.7													37		37
		152.5													35		35

			Sn2-X1-Sn2'	X1-Sn2'-X2'	Sn2'-X2'-Sn1	X2'-Sn1-X2	Sn1-X2-Sn2	X2-Sn2-X1	X1-Sn2'-C3'	X1-Sn2'-C2'	X2'-Sn2'-C3'	X2'-Sn2'-C2'	X2'-Sn1-C1	X2'-Sn1-C1'	X2-Sn1-C1	X2-Sn1-C1'	X2-Sn2-C3	X2-Sn2-C2	X1-Sn2-C3	X1-Sn2-C2
			13	14	15	16	17	18	19	20	21	22	23	24	25	26	27	28	29	30
129 sh	129 sh	128.7									14		23			23	14			
126 w	126 s	126.2							15		7	8		11	11		7	8	15	
		126.0							13		12		10	10	10	10	12		13	
	119 sh	118.6							12	26									12	26
	115 m	115.6							11		9		16	11	11	16	9		11	
	105 w	105.3								14		29						29		14
	102 sh	101.4		7		6		6		19										19
	100 sh	99.4										15		22	22			15		
98 w	98 sh	98.4									12	8	15	7	7	15	12	8		
76 m	76 s	75.9		9	12	6	16	6	12	6		7					7		6	
58 w	58 sh	57.7			26	11		11	26											
56 sh	56 w	56.6		28	8	11	16	11	8											
39 sh	39 m	38.5				21		21												
37 m	37 sh	37.3		19	7	11	9	11	7											
26 w		26.3																		

	Sn2'-X2'-Sn1-X2	X2'-Sn1-X2-Sn2	X2-Sn1-X2-Sn2'	Sn2-X1-Sn2'-X2'
	35	36	38	39
	17	17	17	17

Tab. 4.3.5 $[(CH_3)_2SnTe]_3$ gemessene und berechnete Frequenzen sowie Verteilung der potentiellen Energie auf innere Koordinaten

(Nr. vgl. Tab. 4.3.6)

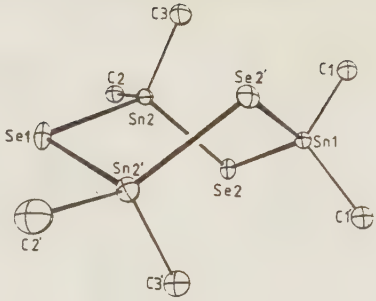
IR cm^{-1}	RE cm^{-1}	$\nu_{ber.}$ cm^{-1}	Verteilung der potentiellen Energie (%) auf innere Koordinaten														
			X1-Sn2'	Sn2'-X2'	X2'-Sn1	Sn1-X2	X2-Sn2	Sn2-X1	Sn2'-C3'	Sn2'-C2'	Sn1-C1	Sn1-C1'	Sn2-C3	Sn2-C2	C3'-Sn2'-C2'	C1-Sn1-C1'	C3-Sn2-C2
			1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	31	32	33
535 sh	533 sh	535.2											85	15			
		534.8							86	14							
526 vs	525 s	526.0									50	50					
	508 vs	507.8							13	84							
507 vs	507 sh	507.2											14	81			
		507.0									48	48					
208 sh	207 w	208.9		5	36	37	6										
203 sh	202 w	203.4	14	36			28	11									
195 vs		194.5	6	30	10	9	38	7									
179 sh	180 m	178.2			37	35										16	
174 s	173 sh	173.9	12	8			11	33							5		12
169 sh	168 vs	168.9	44	6				24							12		6
137 sh		136.8			6	8										63	
133 m		134.3					4	12									56
		132.3	10	5											60		

			Sn2-X1-Sn2'	X1-Sn2'-X2'	Sn2'-X2'-Sn1	X2'-Sn1-X2	Sn1-X2-Sn2	X2-Sn2-X1	X1-Sn2'-C3'	X1-Sn2'-C2'	X2'-Sn2'-C3'	X2'-Sn2'-C2'	X2'-Sn1-C1	X2'-Sn1-C1'	X2-Sn1-C1	X2-Sn1-C1'	X2-Sn2-C3	X2-Sn2-C2	X1-Sn2-C3	X1-Sn2-C2
			13	14	15	16	17	18	19	20	21	22	23	24	25	26	27	28	29	30
113 w	113 m	111.9										8	20	13	17	12		9		
110 w	110 sh	110.7							14		12		10	17	11	15	6		7	
		109.2							13		20					6	17		11	7
105 w	105 sh	105.1							15		10		17	6	10	5	14		9	
		104.5							7	9						8	6	8	21	21
96 w	98 sh	98.7								23		28						20		13
87 m	87 sh	87.6		5				8		6					5		12	20	11	14
		86.8				7			9	7	9	20		15	9					
83 sh	83 w	83.2								6	9	5	18	11	11	15	7			
63 m	63 sh	64.0		6	18		19		15	6		7					6		6	
50 m	50 s	49.0			36			12	22											
48 m	48 sh	48.0		17		16	20		22											
30 m	30 sh	30.0				16		29												
		29.1		26	5	18	8	5												

Sn2'-X2'-Sn1-X2	X2'-Sn1-X2-Sn2	X2-Sn2-X1-Sn2'	Sn2-X1-Sn2'-X2'
35	36	38	39
23	22	19	18

19 sh	19 m	19.4

Tab. 4.3.6 Innere Koordinaten der Hexamethyltrichalkogena-tristanninane $[(CH_3)_2SnX]_3$ mit Atombezeichnung für X = Se



INTERNE KOORDINATEN-DEFINITIONEN BEZEICHNUNG DER ATOME

NO.	CODE	I	J	K	L	I	J	K	L
1	1	1	2	0	0	SE1	SN2*		
2	1	2	3	0	0	SN2*	SE2*		
3	1	3	4	0	0	SE2*	SN1		
4	1	4	5	0	0	SN1	SE2		
5	1	5	6	0	0	SE2	SN2		
6	1	6	1	0	0	SN2	SE1		
7	1	2	7	0	0	SN2*	C3*		
8	1	2	8	0	0	SN2*	C2*		
9	1	4	9	0	0	SN1	C1		
10	1	4	10	0	0	SN1	C1*		
11	1	6	11	0	0	SN2	C3		
12	1	6	12	0	0	SN2	C2		
13	2	6	1	2	0	SN2	SE1	SN2*	
14	2	1	2	3	0	SE1	SN2*	SE2*	
15	2	2	3	4	0	SN2*	SE2*	SN1	
16	2	3	4	5	0	SE2*	SN1	SE2	
17	2	4	5	6	0	SN1	SE2	SN2	
18	2	5	6	1	0	SE2	SN2	SE1	
19	2	1	2	7	0	SE1	SN2*	C3*	
20	2	1	2	8	0	SE1	SN2*	C2*	
21	2	3	2	7	0	SE2*	SN2*	C3*	
22	2	3	2	8	0	SE2*	SN2*	C2*	
23	2	3	4	9	0	SE2*	SN1	C1	
24	2	3	4	10	0	SE2*	SN1	C1*	
25	2	5	4	9	0	SE2	SN1	C1	
26	2	5	4	10	0	SE2	SN1	C1*	
27	2	5	6	11	0	SE2	SN2	C3	
28	2	5	6	12	0	SE2	SN2	C2	
29	2	1	6	11	0	SE1	SN2	C3	
30	2	1	6	12	0	SE1	SN2	C2	
31	2	7	2	8	0	C3*	SN2*	C2*	
32	2	9	4	10	0	C1	SN1	C1*	
33	2	11	6	12	0	C3	SN2	C2	
34	4	1	2	3	4	SE1	SN2*	SE2*	SN1
35	4	2	3	4	5	SN2*	SE2*	SN1	SE2
36	4	3	4	5	6	SE2*	SN1	SE2	SN2
37	4	4	5	6	1	SN1	SE2	SN2	SE1
38	4	5	6	1	2	SE2	SN2	SE1	SN2*
39	4	6	1	2	3	SN2	SE1	SN2*	SE2*
40	4	6	1	2	7	SN2	SE1	SN2*	C3*
41	4	6	1	2	8	SN2	SE1	SN2*	C2*
42	4	4	3	2	7	SN1	SE2*	SN2*	C3*
43	4	4	3	2	8	SN1	SE2*	SN2*	C2*
44	4	2	3	4	9	SN2*	SE2*	SN1	C1
45	4	2	3	4	10	SN2*	SE2*	SN1	C1*
46	4	6	5	4	9	SN2	SE2	SN1	C1
47	4	6	5	4	10	SN2	SE2	SN1	C1*
48	4	4	5	6	11	SN1	SE2	SN2	C3
49	4	4	5	6	12	SN1	SE2	SN2	C2
50	4	2	1	6	11	SN2*	SE1	SN2	C3
51	4	2	1	6	12	SN2*	SE1	SN2	C2

Zur Lösung des Problems werden 30 unabhängige innere Koordinaten benötigt [C2] . In Tabelle 4.3.6 sind somit 21 redundante innere Koordinaten enthalten. Da das Erkennen aller redundanten Glieder für räumliche Systeme relativ schwierig ist [F1] wurden bei der Aufstellung der R-Matrix (Tabelle 4.3.6) alle 51 inneren Koordinaten berücksichtigt. Dies erfordert nach Abschnitt 4.3.1.2 die Bestimmung von 465 Größen aus 30 beobachtbaren Frequenzwerten. Daher ist es notwendig, das allgemeine Kraftfeld zu vereinfachen. Neben der Berücksichtigung der C_2-Symmetrie für die Valenzkraftkonstanten wurde die Anzahl der Deformations- und Torsionskraftkonstanten drastisch reduziert. Durch Vernachlässigung aller Wechselwirkungsglieder, die keiner Valenz-Valenzkopplung über ein gemeinsames Atom zuzuschreiben sind, konnte eine weitere Verringerung der Bestimmungsgrößen erreicht werden. Nach diesen Vereinfachungen besteht das benutzte Kraftfeld aus folgenden 16 Kraftkonstanten:

6 Valenzkraftkonstanten f_{XY} ($3f_{SnX}$; $3f_{SnCH_3}$)

4 Deformationskraftkonstanten f_{XYZ} ($1f_{SnXSn}$; $1f_{XSnX}$; $1f_{XSnCH_3}$; $1f_{CH_3SnCH_3}$)

2 Torsionskraftkonstanten f_{XYZA} ($1f_{XSnXSn}$; $1f_{SnXSnCH_3}$)

4 Valenz-Valenzwechselwirkungskraftkonstanten $f_{XY/YZ}$

($1f_{SnX/XSn}$; $1f_{XSn/SnCH_3}$; $1f_{CH_3Sn/SnCH_3}$; $1f_{XSn/SnX}$)

Die Wahl des Kraftfeldes soll noch etwas näher erläutert werden. Für die drei heteroanalogen Hexamethyltrichalkogenatristanninane - $[(CH_3)_2SnX]_3$ mit X = S, Se, Te - wurde dieselbe R-Matrix (vgl. Tab. 4.3.6) benutzt und ideale C_2-Molekül-

symmetrie vorausgesetzt, obwohl diese Bedingung nur annähernd erfüllt ist. Bei Abweichungen von der C_2-Symmetrie erfolgte keine Korrektur der kartesischen Koordinaten. Die Wahl der Valenzkraftkonstanten läßt die folgende Berücksichtigung der Symmetrie erkennen. Die $SnCH_3$-Valenzkraftkonstanten unterscheiden sich durch die Stellung der Methylgruppen (axial, äquatorial oder isoklin). Die SnX-Valenzkraftkonstanten berücksichtigen die Atomlagen auf oder neben dem Symmetrieelement. Ob und wieweit diese Unterscheidung sinnvoll ist, ist sicherlich umstritten. Im hier vorliegenden Fall wurde versucht, das allgemeine Valenzkraftfeld (GVFF) bezüglich der Valenzkraftkonstanten nur soweit als nötig zu modifizieren.

Die Tabelle 4.3.7 enthält das benutzte Kraftfeld sowie Startwerte und verfeinerte Werte der Kraftkonstanten und deren Fehler, abgeschätzt nach Gleichung 4.3.25. Die verwendete Z-Matrix sowie die Kartesischen Koordinaten (X-Matrix) sind im Anhang aufgelistet.

Die Berechnungen erfolgten mit den Programmen GMAT, FPERT und XVIB von SCHACHTSCHNEIDER [137] auf einer HB 66/80 - Rechenanlage im Rechenzentrum der Universität Mainz. Verfeinert wurde in mehreren Cyclen durch wechselweise Iteration von zusammengehörigen Valenz- und Valenz-Valenz Wechselwirkungskraftkonstanten, Deformationskraftkonstanten und Torsionskraftkonstanten, um die berechneten an die experimentell gemessenen Frequenzen anzugleichen.

Die in Tabelle 4.3.7 mit dem Anfangswert 0 (Nm^{-1}) angegebenen Kraftkonstanten wurden im Verlauf der Rechnung generiert und optimiert.

Tabelle 4.3.7 Verfeinerte Kraftkonstanten (Nm^{-1}) der Hexamethyltrichalkogenatristanninane $[(CH_3)_2SnX]_3$

Nr.	Typ	Innere Koord. vgl.Tab.4.3.6	Kraftkonstanten (Nm^{-1}) X = S Start-wert	X = S End-wert	X = S Fehler	X = Se Start-wert	X = Se End-wert	X = Se Fehler	X = Te Start-wert	X = Te End-wert	X = Te Fehler
1	f_{SnX}	1,6	174.	168.5	3.4	157.	154.	3.1	129.	101.4	2.0
2		2,5	174.	174.2	3.1	157.	144.6	2.9	129.	126.4	2.7
3		3,4	174.	163.1	5.2	157.	130.2	1.2	129.	122.5	1.5
4	f_{SnCH_3}	7,11	220.	228.6	1.1	216.	223.9	1.0	211.	222.	1.1
5		8,12	220.	211.4	1.1	216.	205.8	1.0	211.	205.8	1.0
6		9,10	220.	218.8	0.7	216.	215.2	0.7	211.	209.9	0.7
7	f_{SnXSn}	13,15,17	45.	71.4	3.8	43.	46.9	3.4	33.	35.9	3.5
8	f_{XSnX}	14,16,18	45.	29.2	1.8	43.	25.4	1.8	33.	35.4	2.1
9	f_{XSnCH_3}	19 bis 30	40.	33.5	0.3	35.	33.8	0.3	29.	30.0	0.2
10	$f_{CH_3SnCH_3}$	31,32,33	36.	39.7	0.4	26.	34.0	0.4	24.	31.5	0.5
11	f_{XSnXSn}	34 bis 39	0.1	0.5	0.05	0.1	0.5	0.06	0.1	0.5	0.06
12	$f_{SnXSnCH_3}$	40 bis 51	0.1	0.1	0.02	0.01	0.1	0.02	0.01	0.03	0.01
13	$f_{XSn/SnX}$		0.	3.5	1.8	0.	9.4	1.0	0.	9.3	1.0
14	$f_{XSn/SnCH_3}$		0.	4.1	1.9	0.	-8.8	1.5	0.	1.1	0.8
15	$f_{CH_3Sn/SnCH_3}$		0.	3.0	0.7	0.	1.7	0.7	0.	1.3	0.7
16	$f_{SnX/XSn}$		0.	3.8	1.3	0.	6.0	2.3	0.	2.6	1.2

Die Startwerte der Kraftkonstanten wurden nach dem Dreimassenmodell abgeschätzt (vgl. Abschnitt 4.3.1.2 und Tab. 4.3.2). Die Verfeinerung konvergierte bei folgenden mittleren Frequenzfehlern:

Hexamethyltrithiatristanninan: 0.23 cm^{-1} oder 0.25 %

Hexamethyltriselenatristanninan: 0.28 cm^{-1} oder 0.33 %

Hexamethyltritelluratristanninan: 0.48 cm^{-1} oder 0.57 %

Die Tabellen 4.3.3, 4.3.4 und 4.3.5 enthalten neben den gemessenen die berechneten Frequenzen der Hexamethyltrichalkogenatristanninane und die prozentuale Verteilung der potentiellen Energie auf die einzelnen inneren Koordinaten (vgl. Gl. 4.3.28).

Mit wenigen Ausnahmen enthalten die Tabellen nur potentielle Energiewerte > 6%, da geringere Beiträge meist nicht signifikant sind[57].

Während die Röntgenstrukturanalyse, abgesehen von den thermischen Bewegungen der Atome, ein mehr statisches Bild des Moleküls liefert, erfaßt die Schwingungsanalyse einzelne Bewegungsvorgänge der Molekülbausteine, beispielhaft für einzelne Valenzfrequenzen der heteroanalogen Hexamethyltrichalkogenatristannane (für X = Se, Te) in Abbildung 4.3.7 dargestellt. (Auslenkungen der Atome 10 fach vergrößert).

Die mit Hilfe der Normalkoordinatenanalysen ermittelten Valenz-Kraftkonstanten entsprechen größenmäßig den nach der empirischen Beziehung von SIEBERT[157] abgeschätzten Werten (vgl. Tab. 4.3.2). Da, wie schon erwähnt, nicht genügend Frequenzdaten zur Verfügung standen, um alle Kraftkonstanten des allgemeinen Valenzkraftfeldes zu berechnen, war es nötig, die Zahl der Kraftkonstanten einzuschränken. Damit entsteht durch die Definition einer physikalisch unrealistischen Kraftkonstantenmatrix eine mögliche Fehlerquelle. Das in der vorliegenden Arbeit relativ günstige Verhältnis der Anzahl beobachteter Frequenzen zur Anzahl der Kraftkonstanten (2:1) vermindert der Wahrscheinlichkeit einer groben Fehlinterpretation; trotzdem ist eine falsche Zuordnung der Banden nicht auszuschließen.

Die Beträge der Kraftkonstanten (f_{SnX}; f_{SnCH_3}; f_{SnXSn}; f_{XSnCH_3}; $f_{CH_3SnCH_3}$) nehmen von X = S zu X = Te ab. Die bei der Aufstellung des Valenzkraftfeldes gewählte Unterscheidung der Stellung der Methylgruppen erweist sich als sinnvoll, die Ergebnisse lassen eine deutliche Abstufung der f_{SnCH_3} für ax > iso > eq erkennen.

Abb. 4.3.7 $[(CH_3)_2SnX]_3$ X=Se, Te; Kartesische Auslenkungen der Atome (10 fach vergrößert) für einige Frequenzwerte

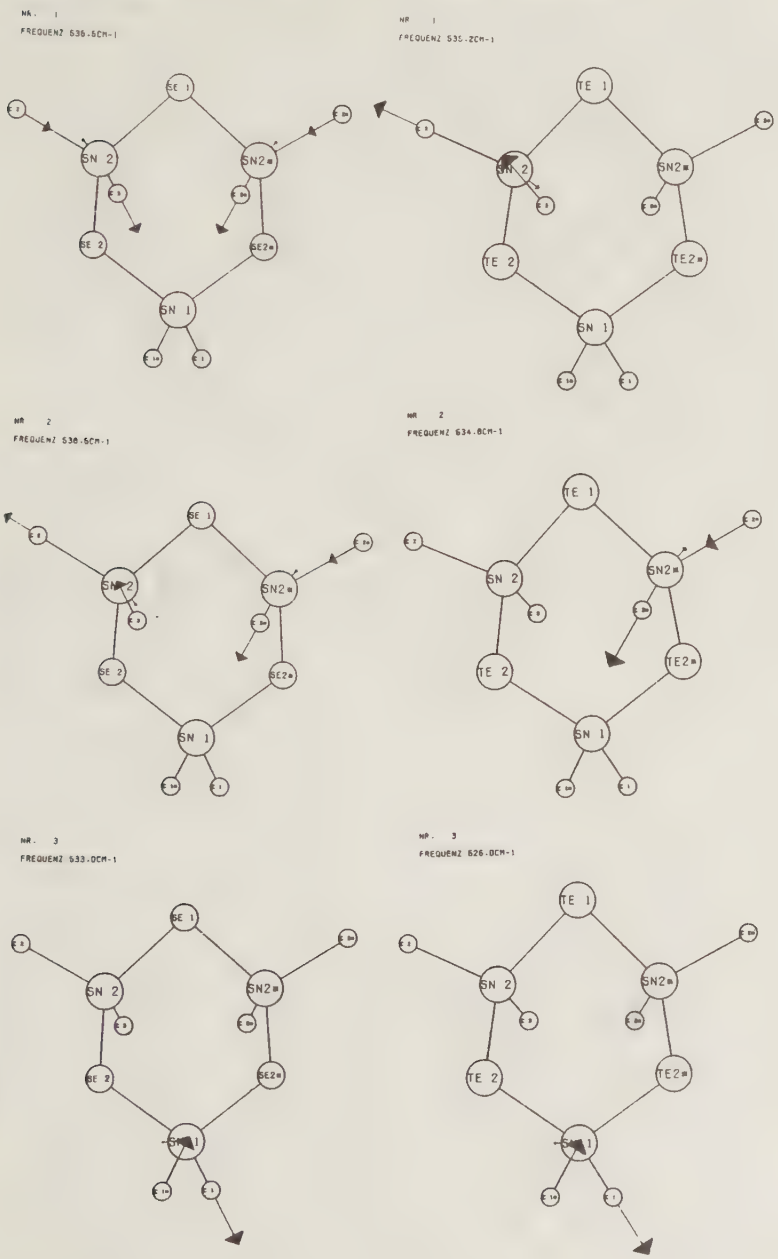


Abb. 4.3.7a

Abb. 4.3.7a

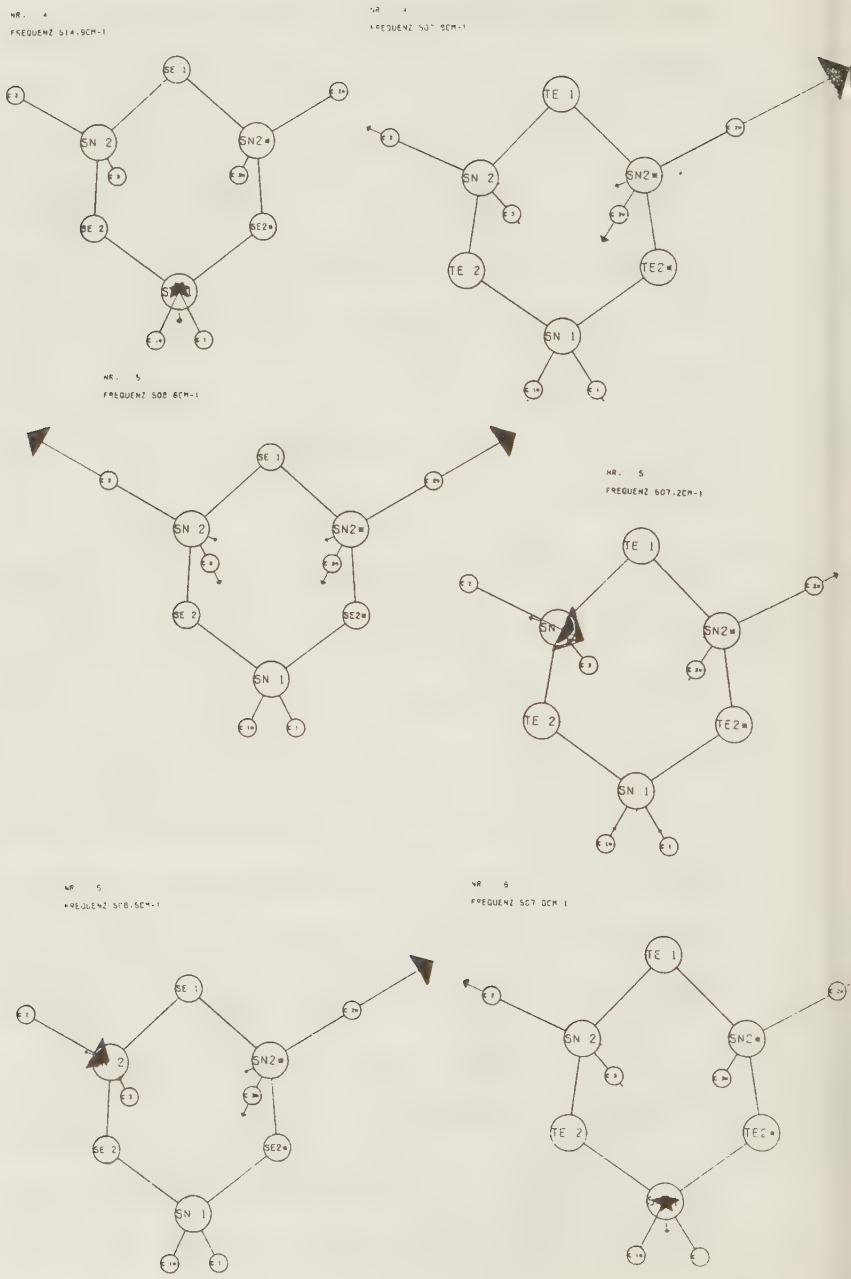


Abb. 4.3.7b

Abb. 4.3.7b

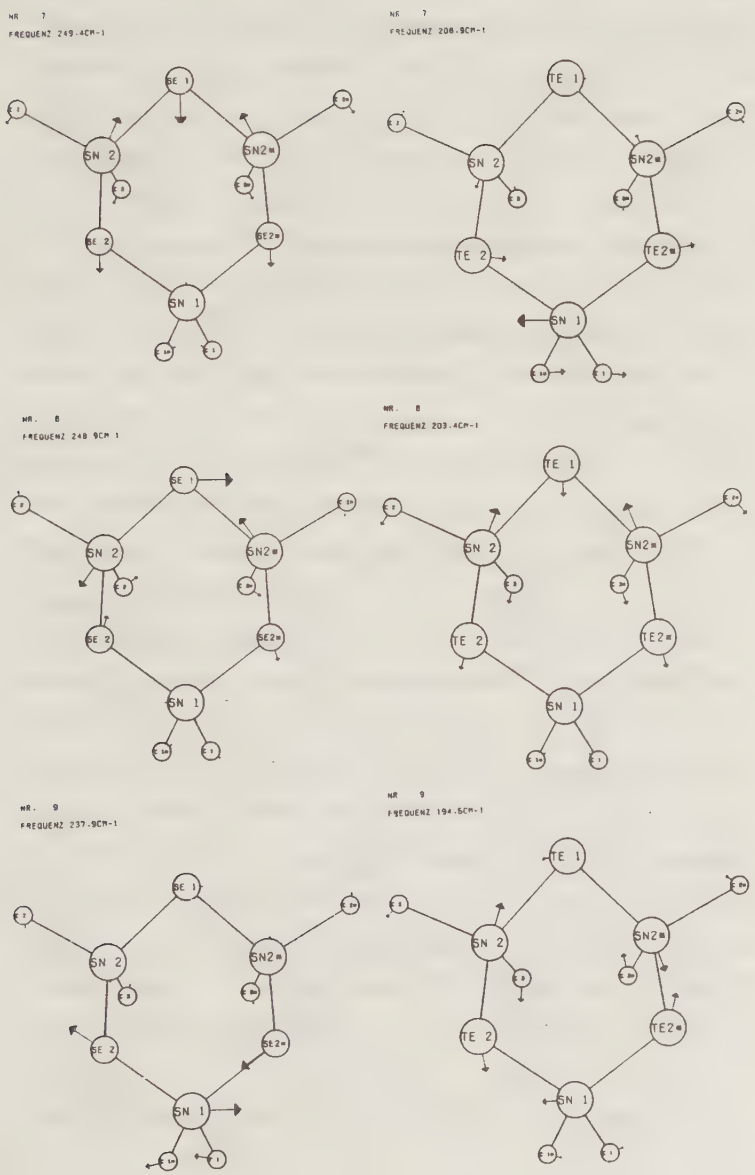
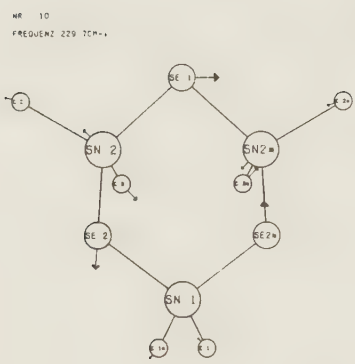
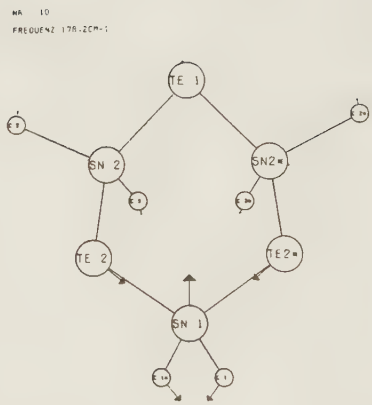
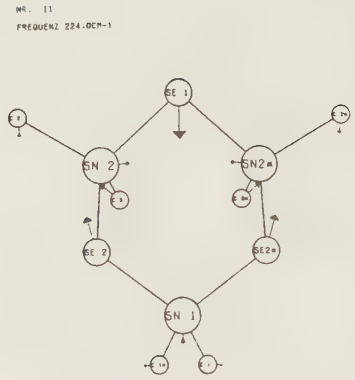


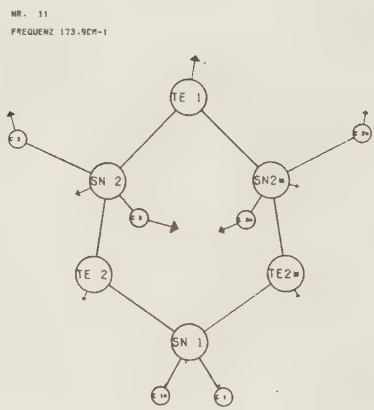
Abb. 4.3.7c

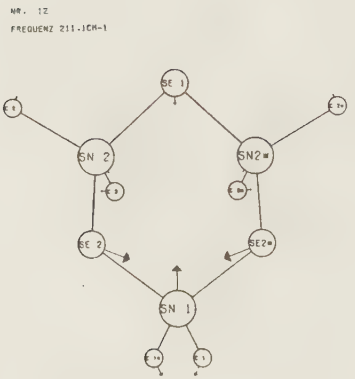
Abb. 4.3.7c

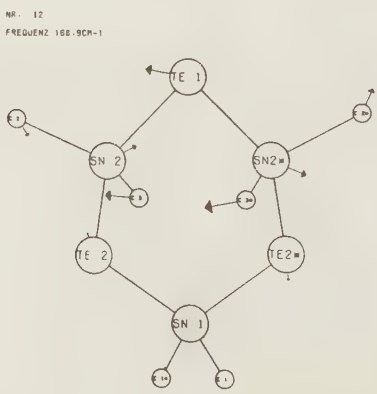

NR 10
FREQUENZ 229.7CM-1
SE 1
SN 2
SN2*
SE 2
SE2*
SN 1


NR 10
FREQUENZ 178.2CM-1
TE 1
SN 2
SN2*
TE 2
TE2*
SN 1


NR. 11
FREQUENZ 224.0CM-1
SE 1
SN 2
SN2*
SE 2
SE2*
SN 1


NR. 11
FREQUENZ 173.9CM-1
TE 1
SN 2
SN2*
TE 2
TE2*
SN 1


NR. 12
FREQUENZ 211.1CM-1
SE 1
SN 2
SN2*
SE 2
SE2*
SN 1


NR. 12
FREQUENZ 168.9CM-1
TE 1
SN 2
SN2*
TE 2
TE2*
SN 1

Die Werte der Sn-X Valenzkraftkonstanten sind etwas niedriger als die von KRIEGSMANN [93] für Bis(trialkylzinn)sulfide und -selenide nach dem Dreimassenmodell abgeschätzten Valenzkraftkonstanten (f_{Sn-S}: 152, f_{Sn-Se}: 137 (Nm^{-1})). Die Werte von KRIEGSMANN [93] entsprechen etwa den eigenen Abschätzungen für die Hexamethyltrichalkogenatristanninane (vgl. Tab. 4.3.2). Die Unterschiede der Sn-X Valenzkraftkonstanten für die einzelnen Sn- und X-Atomlagen (auf bzw. neben dem Symmetrieelement) werden unter Berücksichtigung der doppelten Fehler (vgl. Tab. 4.3.7) verwischt und tendieren eher zu einem mittleren Wert (X = S: 168.8; X = Se: 147.8; X = Te: 124.5 Nm^{-1}), wobei sich allerdings für X = Se und X = Te die Kraftkonstante im Fall des schwereren Atoms (gekennzeichnet) auf der C_2-Achse deutlich von dem oben erwähnten Mittelwert abhebt ($f_{\underline{Sn}-Se}$: 130.2; $f_{Sn-\underline{Te}}$: 101.4 Nm^{-1}).

Es wurde mehrfach versucht, empirische Beziehungen zu Kernabstand, Elektronegativität, Kernladungszahl und Dissoziationsenergie anzugeben, die zumeist jedoch nur für zweiatomige Moleküle abgeleitet und geprüft wurden [F1,S2]. So steht die Abnahme der Sn-C und Sn-X Valenzkraftkonstanten von X = S > X = Se > X = Te im Einklang mit der Vergrößerung der Kernabstände und der Elektronegativitätsänderung. Nach einer Regel von VARSHNI [170] ist die Kraftkonstante umgekehrt proportional zum Quadrat des Kernabstands. In einer von GORDY [64] aufgestellten Beziehung wird der direkte Zusammenhang mit der Elektronegativität berücksichtigt.

Eine eingehendere Diskussion der Deformationskraftkonstanten,

die die winkelerhaltenden Kräfte der Moleküle charakterisieren, scheint nicht sinnvoll [63], da ihre physikalische Deutung umstritten ist [F1]. Ebenso erscheint die Aussagekraft der Wechselwirkungskonstanten bei Vergleichen in homologen Reihen problematisch [F1]. Sie können als Korrekturgrößen gedeutet werden, die dazu dienen, die berechneten Frequenzen besser an die beobachteten anzugleichen. So ist es ratsam, sich auf die Diskussion von Valenzkraftkonstanten zu beschränken, da diese im Bezug auf die Bindungseigenschaften die wichtigste Größe darstellen.

4.3.3 Tetramethylhexachalkogenatetrastannaadamantane

Wie in Tabelle 1.2.7 in Abschnitt 1.2 zu entnehmen, werden einzig in einer Arbeit von A. MÜLLER und Mitarbeitern[116] Schwingungsspektren und eine Normalkoordinatenanalyse für das Tetramethylhexathiatetrastannaadamantan beschrieben, für die entsprechende Selenverbindung sind bisher keine Literaturdaten bekannt, außer der von KRIEGSMANN [92] erwähnten Sn-C Valenzschwingung. MÜLLER [116] nutzte zur Erstellung der Normalkoordinatenanalyse mit Hilfe von Symmetriekoordinaten die lokale C_{3v}-Symmetrie der vier CH_3SnS_3-Einheiten, aus denen die Adamantanstruktur zusammengesetzt werden kann. Die Strukturdaten wurden der Kurzmitteilung von DÖRFELT [43] entnommen, in der nur mittlere Sn-Sn, Sn-S und Sn-C Abstände und keine Winkel angegeben wurden, da die Strukturverfeinerung noch nicht

abgeschlossen war. Es schien somit durchaus berechtigt nach Vorliegen der vollständigen Strukturdaten[87] unter Berücksichtigung des gesammten Adamantangerüstes, auch das Tetramethylhexathiatetrastannaadamantan in die Normalkoordinatenanalysen der vorliegenden Arbeit mit einzubeziehen.

Die Tabellen 4.3.8 und 4.3.9 enthalten die gemessenen Frequenzen der beiden Tetramethylhexachalkogenatetrastannaadamantane. Für diese Moleküle mit N=14 Atomen (4Sn, 6X und $4CH_3$; X = S, Se) sind 3N - 6, also 36 Normalschwingungen zu erwarten. Die Röntgenstrukturanalysen (X=S[87], X = Se Abschnitt 4.1.2.1) ergeben die hochsymmetrische Punktgruppe T_d. Die 36 Normalschwingungen können folgenden Schwingungsrassen zugeordnet werden:

3 A_1 (totalsymmetrische Schwingung in Bezug auf alle Symmetrieelemente) ramanaktiv 3 Banden

- A_2 (symmetrisch zur Drehachse, unsymmetrisch zur Spiegelebene) inaktiv

6 E (2-fach entartet) ramanaktiv 3 Barden

9 F_1 (3-fach entartet) inaktiv

18 F_2 (3-fach entartet) infrarot- und ramanaktiv 6 Banden

Nach den Auswahlregeln [C2,M3] für ideale T_d- Symmetrie sollten nur 12 Banden im RE-Spektrum und 6 Banden im IR-Spektrum beobachtet werden. Die Zuordnung erfolgte in Anlehnung an die Ergebnisse von KRIEGSMANN[93,94] und SCHUMANN[146,148,149,150] und in Analogie zu den entsprechenden Hexamethyltrichalkogenatristanninanen (Abschnitt 4.3.2). Nach Abschnitt 4.3.1.1 ergeben sich für die beiden Tetramethylhexachalkogenatetrastannaadamantane maximal 82 innere Koordinaten, hierbei bleibt

die Symmetrie unberücksichtigt und die CH_3-Gruppe wird als Massepunkt (m_{CH_3} = 15) angesehen. Die 82 inneren Koordinaten, die in Tabelle 4.3.10 zusammengestellt sind, gliedern sich wie folgt:

16 Valenzkoordinaten, r(Code 1, Nr. 1 - 16)

30 Deformationskoordinaten, φ(Code 2, Nr. 17 - 46)

36 Torsionskoordinaten, τ(Code 4, Nr. 47 - 82)

Da die Programme von SCHACHTSCHNEIDER [137] nur Rechnungen mit maximal 60 inneren Koordinaten zulassen, wird eine Reduzierung der Anzahl der inneren Koordinaten erforderlich.

Das Erkennen redundanter innerer Koordinaten ist relativ schwierig [F1] ; so wurden im vorliegenden Fall die 36 Torsionskoordinaten vernachlässigt, da sie die meisten Redundanzen aufweisen (Abschnitt 4.3.1.1 $n_{max}[\tau] - n[\tau] = 24$). Trotz dieser Einschränkung werden 36 Normalschwingungen berechnet. Somit ist zu erwarten, daß die vernachlässigten Torsionen in den Deformationen mit erfaßt werden. Dies sollte man bei einem Vergleich der Deformationskraftkonstanten berücksichtigen. Für die restlichen 46 Valenz- und Deformationskoordinaten sind 666 Bestimmungsgrößen erforderlich. Eine Vereinfachung des Kraftfeldes konnte neben der Berücksichtigung der T_d-Symmetrie durch Vernachlässigung aller Wechselwirkungsglieder, die keine Valenz- Valenzkopplung über ein gemeinsames Atom beschreiben, erreicht werden.

Tab. 4.3.8 $(CH_3Sn)_4S_6$ gemessene und berechnete Frequenzen sowie Verteilung der potentiellen Energie auf innere Koordinaten (Nr. vgl. Tab. 4.3.10)

| IR cm^{-1} | RE cm^{-1} | $\nu_{ber.}$ cm^{-1} | Verteilung der potentiellen Energie (%) auf innere Koordinaten | | |

Tab. 4.3.9 $(CH_3Sn)_4Se_6$ gemessene und berechnete Frequenzen sowie Verteilung der potentiellen Energie auf innere Koordinaten (Nr. vgl. Tab. 4.3.10)

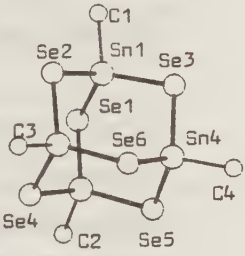
IR cm^{-1}	RE cm^{-1}	$\nu_{ber.}$ cm^{-1}	Verteilung der potentiellen Energie (%) auf innere Koordinaten																
			Sn1-X1	Sn1-X2	Sn1-X3	Sn2-X1	Sn2-X4	Sn2-X5	Sn3-X2	Sn3-X4	Sn3-X6	Sn4-X3	Sn4-X5	Sn4-X6	Sn1-C1	Sn2-C2	Sn3-C3	Sn4-C4	
			1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	
522 s	523 s	523.1													68		25		
		523.0														69	20	5	
		522.9													7		27	61	
	521 sh	521.0													19	24	24	30	
250 vs		252.8						27			12		26	8					
	252 s	252.2		22			21		18	17				6			9		
		251.1	15	7		17	5		14	7	8	6		6	7				
		248.7	15		24	12		16				21	18						
	248 s	248.2			16		6	7		7	25	17	5	27					
		247.0	16	20		19	17		18	16									
		211.4	17		16	18	14			12	10	17		10					
	210 m	210.3		21	6			16	21		11	5	18	12					
	208.5m	208.7	17			18	8	12		9	11		7	8				5	
		206.8			14		22		6	23		16	5						
		205.8	8	20		5		10	16		11		12	15			5		
	191 vs	191.3	7	6	9	6	6	8	6	5	8	9	8	6	6	6	6	6	

			X1-Sn1-C1	X2-Sn1-C1	X3-Sn1-C1	X1-Sn2-C2	X4-Sn2-C2	X5-Sn2-C2	X2-Sn3-C3	X4-Sn3-C3	X6-Sn3-C3	X3-Sn4-C4	X5-Sn4-C4	X6-Sn4-C4					
			35	36	37	38	39	40	41	42	43	44	45	46					
135 w	135 s	135.0		13		23	12		10				22	12					
		133.9						12	13		12	23		13	21				
	132 sh	132.3		11	20		13	15		22	12								
115 w	0	115.4		13		21			8		10	14		7					
	0	114.7					15		7	15			23	6	6				
	0	113.7		6	15			18	11					13	17				
	0	110.8		8		6	14	10			14	10	5		11				
	0	109.8		7	21				10	17	9								

			Sn1-X1-Sn2	Sn1-X2-Sn3	Sn1-X3-Sn4	Sn2-X4-Sn3	Sn2-X5-Sn4	Sn3-X6-Sn4	X1-Sn1-X2	X1-Sn1-X3	X2-Sn1-X3	X1-Sn2-X4	X1-Sn2-X5	X4-Sn2-X5	X2-Sn3-X4	X2-Sn3-X6	X4-Sn3-X6	X3-Sn4-X5	X3-Sn4-X6	X5-Sn4-X6
			17	18	19	20	21	22	23	24	25	26	27	28	29	30	31	32	33	34
101 m	101 w	100.7	8	8	9	9	9	9												
		80.7			8	8				12			9				6	10		
80 s	80 vs	80.2		6			6				12					12			11	
		79.9	7	6			6	6	11			10			9					7
59 m		59.9		5			6			11		16		5	6		15		9	
		59.1							7		13				9	12		5	7	
		58.9							6				14	9		5		10		12
46 sh		46.4	12		6	7		11	6		10		5	9	9	5		10		6
		46.3		13	6	6	11		5	10		10					8		11	5
40 w		39.9							8	22	5			6	10		25	9		7
		39.7							11		8	24		9					23	10

Tab. 4.3.10 Innere Koordinaten der Tetramethylhexachalkogenatetrastannaadamantane $(CH_3Sn)_4X_6$ mit Atombezeichnung für X=Se

LFD. NR.	I	J	K
1	SN1	SE1	
2	SN1	SE2	
3	SN1	SE3	
4	SN2	SE1	
5	SN2	SE6	
6	SN2	SE5	
7	SN3	SE2	
8	SN3	SE4	
9	SN3	SE6	
10	SN4	SE3	
11	SN4	SE5	
12	SN4	SE6	
13	SN1	C1	
14	SN2	C2	
15	SN3	C3	
16	SN4	C4	
17	SN1	SE1	SN2
18	SN1	SE2	SN3
19	SN1	SE3	SN4
20	SN2	SE4	SN3
21	SN2	SE5	SN4
22	SN3	SE6	SN4
23	SE1	SN1	SE2
24	SE1	SN1	SE3
25	SE2	SN1	SE3
26	SE1	SN2	SE4
27	SE1	SN2	SE5
28	SE4	SN2	SE5
29	SE2	SN3	SE4
30	SE2	SN3	SE6
31	SE4	SN3	SE6
32	SE3	SN4	SE5
33	SE3	SN4	SE6
34	SE5	SN4	SE6
35	SE1	SN1	C1
36	SE2	SN1	C1
37	SE3	SN1	C1
38	SE1	SN2	C2
39	SE4	SN2	C2
40	SE5	SN2	C2
41	SE2	SN3	C3
42	SE4	SN3	C3
43	SE6	SN3	C3
44	SE3	SN4	C4
45	SE5	SN4	C4
46	SE6	SN4	C4
47	SN1	SE1	SN2	SE4
48	SN1	SE1	SN2	SE5
49	SN1	SE2	SN3	SE4
50	SN1	SE2	SN3	SE6
51	SN1	SE3	SN4	SE5
52	SN1	SE3	SN4	SE6
53	SN2	SE1	SN1	SE2
54	SN2	SE1	SN1	SE3
55	SN2	SE4	SN3	SE2
56	SN2	SE4	SN3	SE6
57	SN2	SE5	SN4	SE3
58	SN2	SE5	SN4	SE6
59	SN3	SE2	SN1	SE1
60	SN3	SE2	SN1	SE3
61	SN3	SE4	SN2	SE1
62	SN3	SE4	SN2	SE5
63	SN3	SE6	SN4	SE5
64	SN3	SE6	SN4	SE6
65	SN4	SE3	SN1	SE2
66	SN4	SE5	SN2	SE1
67	SN4	SE5	SN2	SE4
68	SN4	SE6	SN3	SE2
69	SN4	SE6	SN3	SE4
70	SN1	SE1	SN2	C2
71	SN1	SE2	SN3	C3
72	SN1	SE3	SN4	C4
73	SN2	SE1	SN1	C1
74	SN2	SE4	SN3	C3
75	SN2	SE5	SN4	C4
76	SN3	SE2	SN1	C1
77	SN3	SE4	SN2	C2
78	SN3	SE6	SN4	C4
79	SN4	SE3	SN1	C1
80	SN4	SE5	SN2	C2
81	SN4	SE6	SN3	C3



Das resultierende Kraftfeld enthält nach diesen Vereinfachungen noch 8 Kraftkonstanten:

2 Valenzkraftkonstanten: f_{XY} ($1\ f_{Sn-X}$; $1\ f_{Sn-CH_3}$),

3 Deformationskraftkonstanten: f_{XYZ} ($1\ f_{Sn-X-Sn}$; $1\ f_{X-Sn-X}$; $1\ f_{X-Sn-CH_3}$),

3 Valenz- Valenzwechselwirkungskraftkonstanten: $f_{XY/YZ}$ ($1\ f_{SnX/XSn}$; $1\ f_{XSn/SnX}$; $1\ f_{XSn/SnCH_3}$) mit X=S und Se.

Bei der Wahl des Kraftfeldes wurde ideale T_d-Molekülsymmetrie vorausgesetzt, bei Abweichungen erfolgte keine Korrektur der kartesischen Koordinaten. Die zu betrachtenden Moleküle zeigen nur annähernd T_d-Symmetrie, somit können die Entartungen teilweise aufgehoben sein. Daher wurde die Zuordnung der Bandenlagen durch eine Schwingungsberechnung (XVIB- SCHACHTSCHNEIDER[137] mit idealen T_d Molekülparametern (vgl. Beziehung zu Tab. 4.1.17) und dem ermittelten Kraftfeld überprüft.

Die Tabelle 4.3.11 enthält das benutzte Kraftfeld sowie Startwerte und verfeinerte Werte der Kraftkonstanten und deren Fehler, abgeschätzt nach Gleichung 4.3.25.

Tabelle 4.3.11 Tetramethylnexachalkogenatetrastannaadamantan $(CH_3Sn)_4X_6$

Verfeinerte Kraftkonstanten

Nr.	Typ	Innere Koord. vgl. Tab. 4.3	Kraftkonstanten X = S Start-wert	End-wert	Fehler	X = Se Start-wert	End-wert	Fehler
1	f_{SnX}	1 bis 12	169.0	160.0	1.3	142.0	154.0	0.2
2	f_{SnCH_3}	13 bis 16	219.0	222.1	2.3	215.0	216.1	1.6
3	f_{SnXSn}	17 bis 22	71.0	45.3	1.5	47.0	32.8	1.4
4	f_{XSnX}	23 bis 34	30.0	19.8	0.3	25.0	22.1	0.5
5	f_{XSnCH_3}	35 bis 48	33.0	45.0	0.4	33.0	38.7	0.4
6	$f_{XSn/SnX}$		0.	10.0	1.4	0.	39.5	5.2
7	$f_{XSn/SnCH_3}$		0.	-13.5	3.8	0.	82.9	11.5
8	$f_{SnX/XSn}$		0.	- 7.4	0.3	0.	-16.5	0.5

Die Berechnungen erfolgten mit den Programmen GMAT, FPERT und XVIB von SCHACHTSCHNEIDER[137] auf einer HB 66/80-Rechenanlage im Rechenzentrum der Universität Mainz. Die Matrizen: X = kartesische Koordinaten und Z (vgl. Gleichung 4.3.15) sind im Anhang aufgelistet. Verfeinert wurde in mehreren Cyclen durch wechselweise Iteration von zusammengehörigen Valenz- und Valenz- Valenzwechselwirkungskraftkonstanten sowie Deformationskraftkonstanten, um die berechneten an die experimentell gemessenen Frequenzen anzugleichen. Nicht beobachtete Frequenzen wurden 0 gesetzt. Als Startwerte dienten die verfeinerten Endwerte der entsprechenden Hexamethyltrichalkogenatristanninane (Tab. 4.3.7). Die in Tabelle 4.3.11 mit dem Anfangswert 0 (Nm^{-1}) angegebenen Kraftkonstanten wurden im Verlauf der Rechnung generiert und optimiert. Die Verfeinerung konvergierte bei folgenden mittleren Frequenzfehlern:

Tetramethylhexathiatetrastannaadamantan : $0.41 cm^{-1}$ oder 0.35 %

Tetramethylhexaselenatetrastannaadamantan : $0.24 cm^{-1}$ oder 0.27 %.

Die Tabellen 4.3.8 und 4.3.9 enthalten neben den gemessenen die berechneten Frequenzen der Tetramethylhexachalkogenatetrastannaadamantane und die prozentuale Verteilung > 6% der potentiellen Energie (vgl. Gl. 4.3.28) auf die einzelnen inneren Koordinaten. Kartesische Auslenkungen der einzelnen Atome (10 fach vergrößert) sind am Beispiel des Tetramethylhexaselenatetrastannaadamantans in Abb. 4.3.8 für verschiedene Frequenzwerte dargestellt. Die mit Hilfe der Normalkoordinatenanalyse ermittelten Valenzkraftkonstanten unterscheiden sich nur unwesentlich von den Mittelwerten der entsprechenden Hexamethyltrichalkogenatristanninane

und sind im Fall X = S etwas kleiner als die von MÜLLER [116] für $(CH_3Sn)_4S_6$ beschriebenen Kraftkonstanten (f_{Sn-CH_3} = 230, f_{Sn-S} = 180 Nm^{-1}).

Die Abnahme der Sn-C und Sn-X Valenzkraftkonstanten läßt sich wie im Abschnitt 4.3.2 für die Hexamethyltrichalkogenatristanninane mit der abnehmenden Elektronegativität (X=S > X=Se) und der zunehmenden Bindungslänge (X=S < X=Se) erklären. Ein direkter Einfluß der kompakten Adamantanstruktur auf die Valenzkraftkonstanten ist nicht erkennbar.

Abb. 4.3.8 $(CH_3Sn)_4Se_6$ Kartesische Auslenkungen der Atome (10 fach vergrößert) für einige Frequenzwerte

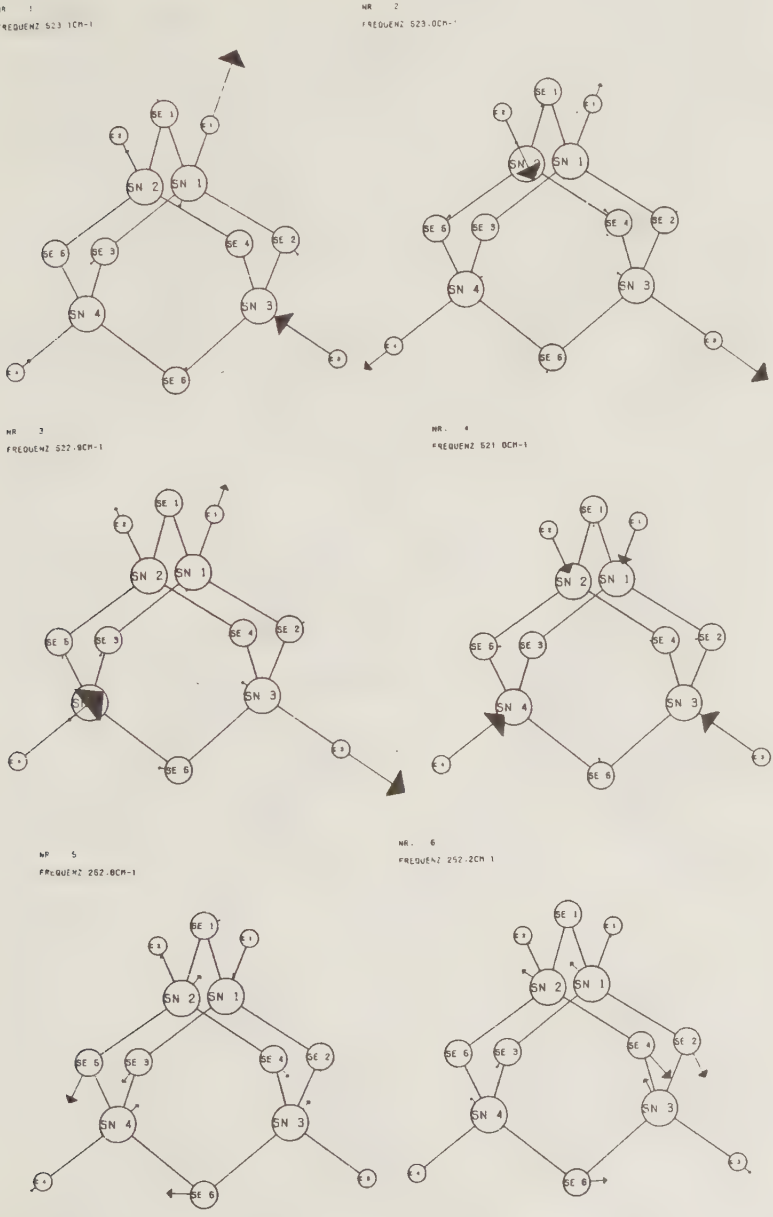
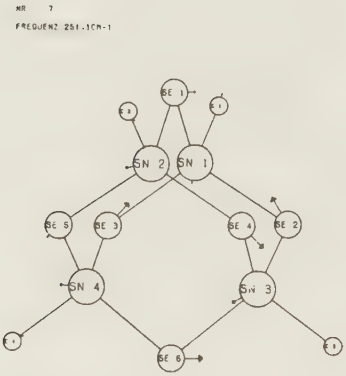
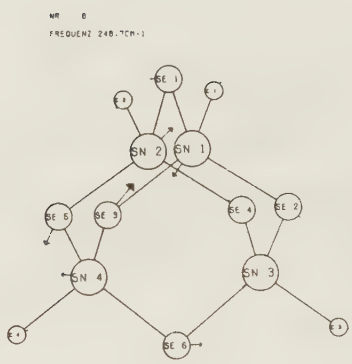
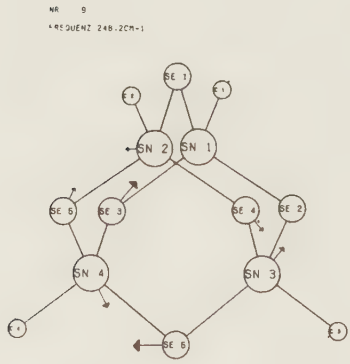


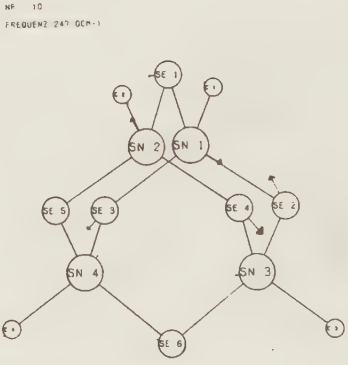
Abb. 4.3.8a

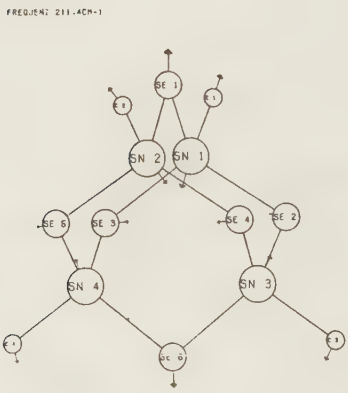
Abb. 4.3.8a











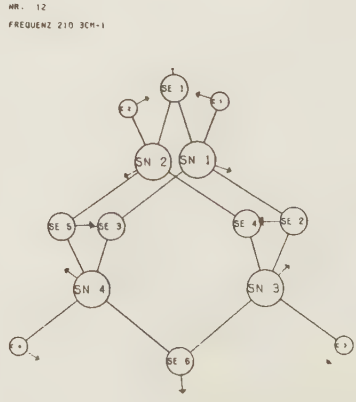
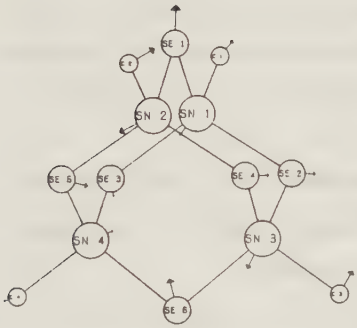


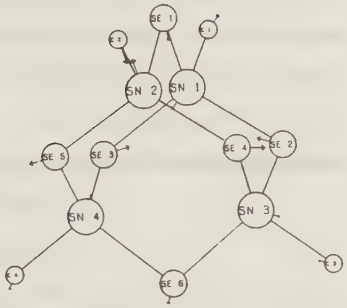
Abb. 4.3.8b

Abb. 4.3.8b

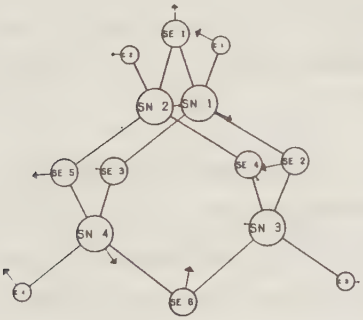
NR 13
FREQUENZ 205.7CM-



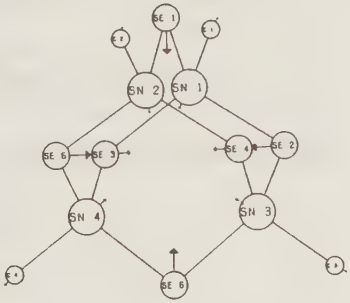
NR 14
FREQUENZ 206.6CM-1



NR 15
FREQUENZ 205.8CM-1



NR. 16
FREQUENZ 191.3CM :



4.3.4 Experimentelles

In den Abb. 4.3.1 - 4.3.6 sind Übersichtsspektren der drei Hexamethyltrichalkogenatristanninane und der beiden Tetramethylhexachalkogenatetrastannaadamantane dargestellt. Zur Durchführung der Normalkoordinatenanalyse (Abschnitt 4.3.2 und 4.3.3) wurden mehrere Spektren von Proben unterschiedlicher Konzentration und Präparation mit verschiedenen Geräten aufgenommen.

1) Infrarotspektren

Bereich 4000 bis 530 cm^{-1}	Gittergerät III G (Leitz, Wetzlar), KBr-Preßling und Nujolverreibung, alle Substanzen
Bereich 600 bis 10 cm^{-1}	Gerät FIR 30 (Polytec, Reichenbach)*18 Nujolverreibung auf Polyäthylen $[(CH_3)_2SnX]_3$ mit X = S,Se,Te; für X = Se und Te Abdeckung durch schwarze Polyäthylenfolie zum Schutz gegen UV
Bereich 600 bis 10 cm^{-1}	Gerät IFS 113 (Bruker, Karlsruhe) Polyäthylenpreßling; 10 mg und 15 mg Substanz auf 70 mg Polyäthylen (Uvasol, Merk), alle Substanzen 32 Durchläufe/Spektrum

*18 Institut für Festkörperphysik TH Darmstadt

2) Ramanspektren

Bereich 600 bis 50 cm^{-1} Gerät T 800 (Coderg, Paris) **[19]

$[(CH_3)_2SnX]_3$ mit X = S, Se mikrokristallin in Kapillare, Anregung Ar 488.0 nm und Ar 514.0 nm/100 mW; bei X = Se Leistung 20 mW, 40 mW und 100 mW (Zersetzung)

bei X = Te Zersetzung

$(CH_3Sn)_4X_6$ mit X = S mikrokristallin in Kapillare,

Anregung Ar 488.0 nm/50 mW

mit X = Se mikrokristallin in Kapillare,

Anregung Ar 514.0 nm/20 mW

Bereich 600 bis 10 cm^{-1} Gerät Jarrell-Ash, Raman-System ***[20]

$[(CH_3)_2SnTe]_3$ mikrokristallin in Kapillare,

Anregung Kr 647.1 nm/300 mW

**[19] Physikalisch-Chemisches Institut Universität Mainz, Abt. Prof. Strobl

***[20] Institut für Anorganische und Analytische Chemie, Technische Universität Berlin, Abt. Prof. Schumann

5. Struktur- und Bindungsverhältnisse

Verschiedene Motivationen führen zur Anwendung spektroskopischer Methoden, sei es die Identifizierung einer Verbindung, die Überprüfung der Zusammensetzung einer Mischung oder um Informationen über Struktur und Bindung im Molekül sowie über Beziehungen zwischen Molekülen zu erhalten. In den meisten Fällen ist es schwierig, zutreffende Änderungen meßbarer Größen theoretisch vorherzusagen , dabei erweist sich die gemeinsame Auswertung der Ergebnisse verschiedener physikalischer Methoden als nützlich.

Die Daten der Röntgenstrukturanalyse beschreiben ein Molekül unter dem Einfluß seiner kristallinen Umgebung, während schwingungsspektroskopische Messungen dazu dienen können, die Dynamik der Abstände und Winkel zu verdeutlichen. Die geometrischen Daten aus einer Röntgenstrukturanalyse dienen als Grundlage zur Interpretation der Ergebnisse aus NMR-Messungen, die Aufschluß über das Molekül in Lösung geben. Im folgenden soll versucht werden, die Gemeinsamkeiten der Einzelergebnisse für die hier vorliegenden Verbindungen zusammenzufassen.

Die Bis(trimethylzinn)chalkogenide sind, wie der Literaturübersicht Abs. 1.2 zu entnehmen, bei Raumtemperatur flüssig und nicht ohne weiteres einer Röntgenstrukturanalyse zugänglich. Damit sind Vergleiche mit den Hexamethyltrichalkogenatristanninanen und den Tetramethylhexachalkogenatetrastannaadamantanen nur auf spektroskopische Daten beschränkt.

Die Hexamethyltrichalkogenatristanninane enthalten vierfach koordinierte Sn-Atome und kristallisieren als voneinander unabhängige Moleküle in der Twist-Wanne Konformation, wobei für $[(CH_3)_2SnS]_3$

zwei Modifikationen bekannt sind. Die Moleküle der heteroanalogen monomethylsubstituierten Zinn-Chalkogenide $(CH_3Sn)_4X_6$ (X=S, Se) zeigen eine adamantanartige Struktur und kristallisieren ebenfalls ohne beobachtbare inter- sowie intramolekulare Wechselwirkungen.

Die Konformation der Hexamethyltrichalkogenatristanninane wurde in Abs. 4.1.1.1 und Abs. 4.1.1.2 nach CREMER und POPLE [30] mit Hilfe des sphärischen Polarkoordinatensatzes Q, θ und ϕ beschrieben. Mit diesem Koordinatensystem können die verschiedenen Sechsringkonformationen auf einer Kugeloberfläche dargestellt werden (vgl. Abb. 4.1.2).

Die Q-Werte können als ein Maß für die Ringwelligkeit angesehen werden. Das Anwachsen der Q-Werte innerhalb der Reihe für $[(CH_3)_2SnX]_3$ mit X=S, Se, Te bestätigt die Zunahme der Ringwelligkeit, die mit einer Vergrößerung des kovalenten Radius zu erwarten ist.

Die Äquatorialebene mit $\theta = 90^o$ repräsentiert den Pseudorotationskreislauf zwischen den jeweils 6 möglichen Wanne-Konformationen mit $\phi = 0^o$, 60^o, 120^o, 180^o, 240^o, 300^o und 360^o sowie twist-Wannekonformationen mit $\phi = 30^o$, 90^o, 150^o, 210^o, 270^o und 330^o. Die Hexamethyltrichalkogenatristanninane besitzen mit ϕ -Werten von 270^o für X=S (tetragonale Modifikation)[111], 92.9^o (monokline Modifikation)[77] ,270^o für X=Se und 90.8^o für X=Te alle nahezu ideale twist-Wanne-Konformation. Die chiralen Moleküle können in zwei Enantiomeren A und B mit $\phi_A = 90^o$ und $\phi_B = 270^o$ vorkommen. Die untersuchten Kristalle des $[(CH_3)_2SnTe]_3$ sowie der monoklinen Modifikation von $[(CH_3)_2SnS]_3$ enthalten beide Antipoden, während die von

$[(CH_3)_2SnSe]_3$ und von $[(CH_3)_2SnS]_3$ (tetragonal) nur ein Enantiomer erkennen lassen. Der Übergang zwischen Enantiomeren der twist-Wanne-Konformation in Lösung läßt sich durch den oben angegebenen Pseudorotationskreislauf beschreiben. Bei Zwischenwerten von ϕ ($30^\circ \leq \phi \leq 60^\circ$ usw.) bestehen Übergangsformen zwischen twist-Wanne- und Wanne-Konformation. Bei $\phi = 90^\circ$ und $\phi = 270^\circ$ liegen die in der Röntgenstrukturanalyse beschriebenen direkten Enantiomere vor, während bei $\phi = 30^\circ$ und $\phi = 210^\circ$ bzw. $\phi = 150^\circ$ und $\phi = 330^\circ$ pseudorotierte Enantiomere erreicht werden, die auf Grund der Symmetrie nicht voneinander unterscheidbar sind. Die Racemisierung der Verbindungen erfordert das Durchlaufen der energetisch ungünstigeren Wannen-Konformation. Eine Untersuchung des Pseudorotationskreislaufes nach dem Torsionswinkelkonzept von BUCOURT [B5] führt zum gleichen Ergebnis [46].

Für die Hexamethyltrichalkogenatristanninane mit unterschiedlichen Chalkogenatomen (vgl. Abs. 2.4) ist zu erwarten, daß die verschiedenen twist-Wanne-Konformationszustände mit unterschiedlicher Häufigkeit eingenommen werden [K1]. Ein vergeblicher Versuch, die Inversionsbarrieren in $[(CH_3)_2SnS]_3$ und $[(CH_3)_2SnSe]_3$ mit Hilfe von NMR-Tieftemperaturmessungen abzuschätzen, ist in einer früheren Arbeit [15] beschrieben. Für die Heterocyclen mit unterschiedlichen Chalkogenatomen wurden im Rahmen der vorliegenden Arbeit keine entsprechenden Untersuchungen vorgenommen.

Gegen eine mögliche Sessel-Konformation bei den Hexamethyltrichalkogenatristanninanen, wie sie im starren Adamantangerüst gefunden wird, sprechen zwei sterische Einflüsse.

Je eines der beiden freien Elektronenpaare der drei Chalkogenatome nimmt in der Sessel-Konformation eine axiale Position ein, dies führt zu einer Abstoßung untereinander. Ebenso ist eine sterische Hinderung zwischen den drei axialen Methylgruppen einer möglichen Sesselform zu erwarten. In der Wannenkonformation ist eine Beeinflussung der axialen Methylgruppe am Sn-Atom in Position 4 durch ein freies Elektronenpaar (ax) am X(1)-Atom zu erwarten. In der twist-Wanne-Konformation ergibt sich sowohl für die freien Elektronenpaare, als auch für die Methylsubstituenten eine günstigere räumliche Anordnung.

Die Bindungsabstände, die sich gut als Summe der entsprechenden kovalenten Radien beschreiben lassen, ergeben keinen Hinweis auf p_π- d_π-Bindungsanteile. Dies ist auch aus der bereitwilligen Spaltung des Ringgerüstes unter massenspektrometrischen Bedingungen zu entnehmen.

Die Sn-C-Abstände gehorchen der BENT'schen Rehybridisierungsregel [B3] (vgl. Abs. 3.2.2). Die Sn-C-Bindung von $[(CH_3)_2SnTe]_3$ weist, im Vergleich zu den Sn-C-Bindungen der beiden anderen heteroanalogen Sechsringe, den geringsten 5s-Charakter auf und ist so mit 218 pm länger als die in der Se- (213 pm) und in der S-Spezies (212.7 pm)[77]. Dieser Trend wird durch die zum Teil relativ hohen Standardabweichungen verwischt.

Die eindeutige Abnahme der Sn-C-Valenzkraftkonstanten von $[(CH_3)_2SnS]_3$ nach $[(CH_3)_2SnTe]_3$ läßt sich ebenso wie die Änderung der ^1J(Sn-C)-Kopplungskonstante (vgl. Abs. 3.2.2) mit der Rehybridisierung der entsprechenden Sn-C-Bindungen erklären. Mit zunehmendem s-Bindungsanteil steigt nach GOUBEAU [63] der

Wert der dazugehörigen Kraftkonstante.

Die Sn-C-Bindungsabstände der Adamantane $(CH_3Sn)_4X_6$ mit 215 pm (X=S,Se) lassen keine Variation erkennen, jedoch bestätigen die Sn-C-Valenzkraftkonstanten den Rehybridisierungseinfluß.

Wie in Abs. 4.1.1.2 beschrieben, nehmen die X-Sn-X-Winkel von X=S über X=Se nach X=Te mit steigendem 5s-Bindungsanteil des Sn-Atoms zu, während parallel hierzu die Sn-X-Sn-Winkel sich auf Grund der Vergrößerung des p-Charakters im Chalkogenbindungsbeitrag 90^o nähern (sp^2-Hybrid, 33% s-Anteil, $\measuredangle = 120^o$; sp^3-Hybrid, 25% s-Anteil, $\measuredangle = 109^o$; reines p-Hybrid, $\measuredangle = 90^o$). Im Einklang damit können die Änderungen der ^2J(Sn-X-Sn) Kopplungskonstanten (vgl. Abs. 3.2.2), der Isomerieverschiebung und der Quadrupolaufspaltung (vgl. Abs. 4.2) sowie der Sn-X-Valenzkraftkonstanten (vgl. Abs. 4.3) mit den unterschiedlichen Sn-X-Bindungsverhältnissen interpretiert werden, wie folgende kurze Betrachtung für $[(CH_3)_2SnX]_3$ mit X=S und X=Te verdeutlicht.

Die Sn-S-Bindung ist im Vergleich zur Sn-Te-Bindung polarer, damit ist der p-Anteil des Sn-Atoms in Sn-S größer als in Sn-Te. Die Quadrupolaufspaltung, ein Maß für die p-Elektronendichte, ist für $[(CH_3)_2SnS]_3$ größer als für entsprechende Tellurverbindung. Die Isomerieverschiebung δ , von der s-Elektronendichte am Sn-Kern bestimmt, ist für X=S deutlich kleiner als für X=Te. Die Zunahme von ^2J (Sn-X-Sn) für X=S nach X=Te kann ebenfalls mit dem zunehmenden s-Charakter der Sn-X-Bindung erklärt werden.

Das Rehybridisierungskonzept läßt für ^1J(Sn-X) der Hexamethyltrichalkogenatristanninane mit unterschiedlichen Chalkogenatomen

eine Abstufung erwarten. Durch den größeren p-Charakter der Sn-S-Bindung wird eine Zunahme des s-Charakters der Sn-Te-Bindung verursacht, damit ist ^1J (Sn-Te) für die $(CH_3)_2SnSTe$-Einheit größer als für die entsprechende $(CH_3)_2SnTe_2$-Einheit.

Die NMR-chemischen Verschiebungen bleiben auf Grund des nicht quantifizierten Beitrags der magnetischen Anisotropie in obiger Erörterung unberücksichtigt.

Ein über die erwähnten qualitativen Betrachtungen hinausgehender quantitativer Vergleich von Kopplungskonstanten, Mößbauerparametern und Kraftkonstanten erscheint deshalb für die hier vorliegenden Verbindungen wenig sinnvoll, da bisher kaum Vergleichsdaten zur Verfügung stehen.

Die Bindungsverhältnisse in den Bis(trimethylzinn)chalkogeniden sind auf Grund der ähnlichen spektroskopischen Ergebnisse mit denen in den Hexamethyltrichalkogenatristanninanen vergleichbar. Die Diskussion der Kernresonanzspektren bestätigt diese Deutung ebenso, wie die Analogie der schwingungsspektroskopischen Ergebnisse von KRIEGSMANN e.a. [93] und SCHUMANN e.a. [148,149,150].

Zusammenfassend ergibt sich, daß die Bindungsstärke der hier vorliegenden Verbindungen durch sp^3-Hybridisierungsänderungen bestimmt wird, p_π- d_π-Anteile können eindeutig ausgeschlossen werden. Durch Einführung verschiedener Chalkogensubstituenten am Zinn-Atom ändern sich der sp^3-Hybridisierungszustand des Metallatoms und damit die Bindungsabstände und Winkel. Der Effekt steht mit der Elektronegativitätsdifferenz (Sn-X) im Einklang. Gleichzeitig zeigt sich, daß mit steigender Elektronegativität des Substituenten der s-Gehalt der Sn-C-Bindungen anwächst und so diese Bindungen verstärkt werden.

6. Zusammenfassung

Methylzinnchalkogenide, $[(CH_3)_2SnX]_3$ (X=S,Se,Te) und $(CH_3Sn)_4X_6$ (X=S,Se) wurden nach abgewandelten Methoden oder erstmalig synthetisiert und durch Hetero-Kernresonanzdaten, Röntgenstrukturbestimmungen, Mößbauermessungen und Schwingungsanalysen charakterisiert.

Der Einfluß verschiedener Beiträge auf ^{1}H-, ^{13}C-, ^{77}Se-, ^{119}Sn-, ^{125}Te-NMR-Spektren wird eingehend diskutiert. Bei den ^{1}H-chemischen Verschiebungen dominiert der Einfluß der magnetischen Anisotropie, bei $\delta(^{13}C)$ und $\delta(^{119}Sn)$ der paramagnetische Abschirmterm. Die Kopplungskonstanten hängen entscheidend von Hybridisierungsänderungen am Sn-Atom ab.

Die Sechsringe $[(CH_3)_2SnX]_3$ besitzen twist-Wanne Konformation mit C_2 Symmetrie, die Verbindungen $(CH_3Sn)_4X_6$ Adamantanstruktur mit T_d-Symmetrie (Sn-Se 253 ± 2, Sn-Te 274 ± 3, Sn-C 217 ± 10 pm).

Aus den Mößbauerparametern wurden mit Hilfe des Punktladungsmodells partielle Feldgradienten für die unterschiedlichen Chalkogenatome (S: -0.58, Se: -0.59, Te: -0.69 $\frac{e^2Q}{2}$ (mm/s)) abgeschätzt.

Die Normalkoordinatenanalysen führten zu Kraftkonstanten (Sn-S 168 ± 5, Sn-Se 142 ± 12, Sn-Te 114 ± 12, Sn-C 217 ± 12 Nm^{-1}) und zu Verteilungen der potentiellen Energie für die einzelnen Schwingungen.

Die Ergebnisse der Röntgenstrukturanalyse und der spektroskopischen Messungen wurden zusammenfassend mit Hilfe eines qualitativen Rehybridisierungsmodells diskutiert.

7.1 Literaturverzeichnis

1) Abel, E.W.; Brady, D.B.
J. Chem. Soc., 1192 (1965)

2) Abel, E.W.; Brady, D.B.; Crosse, B.C.
J. Organomet. Chem. 5, 260 (1966)

3) Abel, E.W.; Armitage, D.A.; Brady, D.B.
Trans. Faraday Soc. 62, 3459 (1966)

4) Abel, E.W.; Armitage, D.A.; Tyfield, S.P.
J. Chem. Soc., A, 554 (1967)

5) Abel, E.W.; Brady, D.B.
J. Organomet. Chem. 11. 145 (1968)

6) Aleksandrov, A.Y.; Delyagin, N.N.; Mitrofanov, K.P.; Polak, L.S.; Shipinel, V.S.
Soviet. Phys. JETP, 16, 879 (1963) zitiert in [53]

7) Alix, A.J.P.; Eysel, H.H.; Jordanov, B.; Kebabcioglu, R. Mohan, N.; Müller, A.
J. Mol. Struct. 27, 1 (1975)

8) Alleston, D.L.; Davies, A.G.; Hancock, M.; White, R.F.M.
J. Chem. Soc., 5469 (1963)

9) Anderson, H.H
J. Am. Chem. Soc. 79, 4913 (1957)

10) Baker, H.J.; Klasens, H.A.
Recl. Trav. Chim. Pays-Bas 61, 500 (1942)

11) Bancroft, G.M.; Butler, K.D.
Inorg. Chim. Acta 15, 57 (1975)

12) Bart, J.C.J.; Daly, J.J.
Chem. Commun., 1207 (1968)

13) Bart, J.C.J.; Daly, J.J.
J. Chem. Soc., Dalton Trans., 2063 (1975)

14) Benno, R.H.; Fritchie, C.J.
J. Chem. Soc., Dalton Trans., 543 (1973)

15) Blecher, A.
Diplomarbeit, Mainz 1975

16) Blecher, A.; Mathiasch, B.
Z. Naturforsch. B 33, 246 (1978)

17) Blecher, A.; Dräger, M.
Angew. Chem. 91, 740 (1979)

18) Blecher, A.; Mathiasch, B.; Mitchell, T.N.
J. Organomet. Chem. 184, 175 (1980)

19) Bouë, S.; Gielen, M.; Nasielski, J.
Bull. Soc. Chim. Belg. 77, 43 (1968)

20) Brown, J.M.; Davies, A.G.; Kennedy, J.D.; Porter, A.S.
unveröffentlicht, zitiert in [53]

21) Brown, M.P.; Okawara, R.; Rochow, E.G.
Spectrochim. Acta 16, 595 (1960)

22) Brown, T.L.; Stark, K.
J. Phys. Chem. 69, 2679 (1965)

23) Burke, J.J.; Lauterbur, P.C.
J. Am. Chem. Soc. 83, 326 (1961)

24) Chambers, D.B.; Glockling, F.
J. Chem. Soc., A, 735 (1968)

25) Chivers, T.; Sams, J.R.
Chem. Commun., 249 (1969)

26) Chivers, T.; Sams, J.R.
J. Chem. Soc., A, 928 (1970)

27) Clarc, M.G.; Maddock, A.G.; Platt, R.H.
J. Chem. Soc., Dalton Trans., 281 (1972)

28) Coppens, P.; Leiserowitz, L.; Rabinovich, D.
Acta Crystallogr., 18, 1035 (1965)

29) Cosse,P.; Schachtschneider, J.H.
J. Chem. Phys. 44, 97 (1966)

30) Cremer, D.; Pople, J.A.
J. Am. Chem. Soc. 97, 1354 (1975)

31) Cremer, D.
Stereochemistry and Conformational Analysis (1980) im Druck

32) Cremer, D.
"Ring" Quantum Chemical Program Exchange Prog. Nr. 288
Universitiy of Indiana, Bloominton, Indiana

33) Cromer, D.T.; Mann, J.B.
Acta Crystallogr., Sect. A 24, 321 (1968)

34) Cromer, D.T. Libermann, D.
J. Chem. Phys. 53, 1891 (1970)

35) Davidson, G. Duce, D.
J. Mol. Struct. 48, 87 (1978)

36) Davies, A.G.
Chem. Brit. 4, 403 (1968)

37) Davies, A.G.; Harrison, P.G.; Kennedy, J.D.; Mitchell, T.N.;
Puddephatt, R.J.; McFarlane, W.
J. Chem. Soc. C, 1136 (1969)

38) Davies, A.G.; Smith, P.J.
unveröffentlicht, zitiert in [53]

39) Davies, A.G.; Smith, L.; Smith, P.J.
J. Organomet. Chem. 39, 279 (1972)

40) Decius, J.C.
J. Chem. Phys. 17, 1315 (1949)

41) De Poorter, B.; Gielen, M.
J. Organomet. Chem. 124, 161 (1977)

42) Distefano, G.; Ricci, A.; Colonna, F.P.; Pietropaolo, D.; Pignatago, S.
J. Organomet. Chem. 78, 93 (1974)

43) Dörfelt, C.; Janeck, A.; Kobelt, D.; Paulus, E.F.; Scherer, H.
J. Organomet. Chem. 14, P22 (1968)

44) Dörfelt, D.; Paulus, E.F. Scherer, H.
Angew. Chem. 81. 297 (1969)

45) Dräger, M.; Gattow. G.
Acta Chem. Scand. 25, 761 (1971)

46) Dräger, M.; Blecher, A.; Jacobsen, H,J,; Krebs, B.
J. Organomet. Chem. 161, 319 (1978)

47) Dräger, M.; Mathiasch, B.
Z. Anorg. Allg. Chem. (1980) im Druck

48) Dunitz, J.D.
J. Chem. Educ. 47, 489 (1970)

49) Dunitz, J.D.; Waser, J.
J. Am. Chem. Soc. 94, 5645 (1972)

50) D'yachenko, O.A.; Zolotoi, A.B.; Atovmyan, L.O.; Mirskov, R.G.; Voronkov, M.G.
Dokl. Akad. Nauk SSSR 237, 863 (1977) durch C.A. 88, 57249j (1978)

51) Egorochkin, A. N.; Vyazankin, N.S.; Razuvaev, G.A.; Konglaya, O.A.; Bochkarev, M.N.
Dokl. Akad. Nauk SSSR 170, 333 (1966) durch C.A. 66, 50604h (1967)

52) Egorochkin, A.N.; Vyazankin, N.S.; Bochkarev, M.N.; Khorshev, S.Ya.
Zh. Obshch. Khim. 37, 1165 (1967) durch C.A. 68, 29076u (1968)

53) Engelhardt, G.; Radeglia, R.; Jancke, H.; Lippmaa, E.; Mägi, M.
Org. Magn. Reson. 5, 561 (1973)

54) Farrer, H.N.; McGrady, M.M.; Tobias, R.S.
J. Am. Chem. Soc. 87, 5019 (1965)

55) Finholt, A.E.; Bond, A.C.; Wilzbach, K.E.; Schlesinger, H.I.
J. Am. Chem. Soc. 69, 2692 (1947)

56) Forstner, J. A.; Muetterties, E.L.
Inorg. Chem. 5, 552 (1966)

57) Fuhrer, H.; Kartha, V.B.; Krueger, P.J.; Mantsch, H.H.; Jones, R.N.
Chem. Rev. 72, 439 (1972)

58) Gattow, G.
Naturwissenschaften 50, 152 (1963)
Z. Anorg. Allg. Chem. 333, 134 (1964)

59) Gayles, J.N.; King, W.T.; Schachtschneider, J.H.
Spectrochim. Acta, Part A 23, 703 (1967)

60) Gielen, M.; Mayence, G.
J. Organomet. Chem. 12, 363 (1968)

61) Gingold, K.; Rochow, E.G.; Seyferth, D.; Smith, A.C.;West, R.;
J. Am. Chem. Soc. 74, 6306 (1952)

62) Goldshtein, I.P.; Guryanova, E.N.; Zemlyanskii, N.N.; Syntkina, O.P.; Panov, E.M.; Kocheshkov, K.A.
Dokl. Akad. Nauk SSSR 175, 836 (1967) durch C.A. 68, 77577 (1968)

63) Goubeau, J.; Sawodny, W.
Angew. Chem. 78, 565 (1966)

64) Gordy, W.
J. Chem. Phys. 14, 305 (1946)

65) Grant, D.M.; Litchman, W.M.
J. Am. Chem. Soc. 87, 3994 (1965)

66) Gütlich, P.
Chem. Unserer Zeit 4, 133 (1970)
Chem. Unserer Zeit 5, 131 (1971)

67) Hamilton, W.C.
Acta Crystallogr. 18, 502 (1965)

68) Harada, T.
Bull. Chem. Soc. J pn. 17, 281+283 (1942) durch C.A.41, 4444 (1947)

69) Harrison, P.G.; Ulrich, S.E.; Zuckerman, J.J
J. Am. Chem. Soc. 93, 5398 (1971)

70) Harrison, P.G.; Stobart, S.R.
J. Organomet. Chem. 47, 89 (1973)

71) Herber, R.H.; Stöckler, H.A.; Reichle, W.T.
J. Chem. Phys. 42, 2447 (1965)

72) Herber, R.H.; Leahy, M.F.
p. 155 in Zuckerman, J.J.: Organotin Compounds, New Chemistry and Applications ACS-Series 157(Washington 1976)

73) Hill, J.C., Drago, R.S.; Herber, R.H.
J. Am. Chem. Soc. 91, 1644 (1969)

74) Holmes, J.R.; Kaesz, H.D.
J. Am. Chem. Soc. 83, 3903 (1961)

75) Hunter, B.K.; Reeves, L.W.
Can. J. Chem. 46, 1399 (1968)

76) Jacobsen, H.J.
Dissertation, Bielefeld (1977)

77) Jacobsen, H.J.; Krebs, B.
J. Organomet. Chem. 136, 333 (1977)

78) Jameson, C.J.; Gutowsky, H.S.
J. Chem. Phys. 40, 1714 (1964)

79) Jameson, C.J.; Gutowsky, H.S.
J. Chem. Phys. 51, 2790 (1969)

80) Kennedy, J.D.; McFarlane, W.
J. Chem. Soc., Dalton Trans., 2134 (1973)

81) Kennedy, J.D.; McFarlane, W.
Bull. Soc. Chim. Belg. 84, 289 (1975)

82) Kennedy, J.D.; McFarlane, W.
J. Chem. Soc.,Dalton Trans, 386 (1975)

83) Kennedy, J.D.; McFarlane, W.
J. Organomet. Chem. 94, 7 (1975)

84) Kennedy, J.D.; McFarlane, W.
J. Chem. Soc., Dalton Trans., 1219 (1976)

85) Khrapov, V.V.
Candidate Dissertation Moskau (1965) zitiert in [53]

86) Klayman, D.L.; Griffin, T.S.
J. Am. Chem. Soc. 95, 197 (1973)

87) Kobelt, D.; Paulus, E.F.; Scherer, H.
Acta Crystallogr. Sect. B 28, 2323 (1972)

88) Komura, M.; Okawara, R.
Inorg. Nucl. Chem. Lett. 2, 93 (1966)

89) Kozeschkow, K.A.
Chem. Ber. 66, 1661 (1933)

90) Kraus, C.A.; Sessions, W.V.
J. Am. Chem. Soc. 47, 2361 (1925)

91) Krebs, B.; Jacobsen, H.J.
J. Organomet. Chem. 178, 301 (1979)

92) Kriegsmann, H.; Hoffmann, H.
Z. Chem. 3, 268 (1963)

93) Kriegsmann, H.; Hoffmann, H.; Geissler, H.
Z, Anorg. Allg. Chem. 341, 24 (1965)

94) Kriegsmann, H.; Hoffmann, H.; Geissler, H.
Z. Anorg. Allg. Chem. 359, 58 (1968)

95) Kulmiz, P.
J. Prakt. Chem. 80, 60 (1860)

96) Lambourne, H.
J. Chem. Soc. 121, 2533 (1922)

97) Lees, J.K.; Flinn, P.A.
J. Chem. Phys. 48, 882 (1968)

98) Lorberth, J.; Vahrenkamp, H.
J. Organomet. Chem. 11, 111 (1968)

99) Mathiasch, B.
Z. Anorg. Allg. Chem. 403, 225 (1974)

100) Mathiasch, B.; Blecher, A.
Bull. Soc. Chim. Belg. 84, 1045 (1975)

101) Mathiasch, B.
J. Organomet. Chem. 141, 295 (1977)

102) Mathiasch, B.
Inorg. Nucl. Chem. Lett. 13, 5 (1977)

103) Mathiasch, B.

Z. Anorg. Allg. Chem. 432, 269 (1977)

104) Mathiasch, B.

J. Organomet. Chem. 165, 295 (1979)

105) Mathiasch, B.; Mitchell, T.N.

J. Organomet. Chem. 185, 351 (1980)

106) Mathiasch, B.

J. Organomet. Chem. 194, 37 (1980)

107) Mathiasch, B.

persönliche Mitteilung

108) Mattson, B.; Carberry, E.

J. Chem. Educ. 50, 511 (1973)

109) McFarlane, H.C.E.; McFarlane, W.

J. Chem. Soc., Dalton Trans. 2416 (1973)

110) McFarlane, W.

J. Chem. Soc., A, 528 (1967)

111) Menzebach, B.; Bleckmann, P.

J. Organomet. Chem. 91, 291 (1975)

112) Mitchell, T.N.

J. Organomet. Chem. 59, 189 (1973)

113) Mitchell, T.N.; Walter, G.

J. Chem. Soc., Perkin Trans.2, 1845 (1977)

114) Mitchell, T.N.; El-Behairy, M.

J. Organomet. Chem. 172, 293 (1979)

115) Moedtritzer, K.; Van Wazer, J.R.

Inorg. Chem. 3, 943 (1964)

116) Müller, A.; Nolte, W.; Cyvin, S.J.; Cyvin, B.N., Alix, A.J.P.

Spectrochim. Acta, Part A, 34, 383 (1978)

117) Neumann, W.P.; Pédin, J.

Justous Liebigs Ann. Chem. 672, 34 (1966)

118) Parish, R.V.; Platt, R.H.

J. Chem. Soc., A, 2145 (1969)

119) Parish, R.V.; Platt, R.H.

Inorg. Chim. Acta 4, 65 (1970)

120) Pfeiffer, P.; Lehnardt, R.

Chem. Ber. 36, 1054 (1903)

121) Pfeiffer, P.; Lehnardt, R.

Chem. Ber. 36, 3027 (1903)

122) Pfeiffer, P., Lehnardt, R.

Z. Anorg. Allg. Chem. 68. 102 (1910)

123) Poller, R.C.; Ruddick, J.N.R.

J. Organomet. Chem. 60, 87 (1973)

124) Pople, J.A.

Discuss. Faraday Soc. 34, 7 (1962)

125) Pople, J.A.; Santry, D.A.

Mol. Phys. 8, 1 (1964)

126) Preut, H.; Haupt, H.-J.; Huber, F.

Z. Anorg. Allg. Chem. 396, 81 (1973)

127) Puff, H.; Gattermayer, R.; Hundt, R.; Zimmer, R.

Angew. Chem. 89, 556 (1977)

128) Radeglia, R.; Engelhardt, G.

Z. Chem. 14, 319 (1974)

129) Ramsey, N.F.

Phys. Rev. 91, 303 (1953)

130) Raynes, W.T.; Sutherland, T.A.

Mol. Phys. 18, 129 (1970)

131) Reichle, W.T.
J. Org. Chem. 26, 4634 (1961)

132) Reichle, W.T.
Inorg. Chem. 1, 650 (1962)

133) Rochow, E.G.; Seyferth, D.
J. Am. Chem. Soc. 75, 2877 (1953)

134) Ruidisch, I.; Schmidt, M.
J. Organomet. Chem. 1, 160 (1963)

135) Sawodny, W.; Fadini, A.; Ballein, K.
Spectrochim. Acta 21, 995 (1965)

136) Schachtschneider, J.H.; Snyder, R.G.
Spectrochim. Acta 19, 117 (1963)

137) Schachtschneider, J.H.
Shell Development Tech. Rep. Nr. 57-65 Proj. Nr. 41450
Vibrational Analysis of Polyatomic Molecules

138) Schmidbaur, H.; Ruidisch, J.
Inorg. Chem. 3, 599 (1964)

139) Schmidt, M.; Ruf, H.
Angew. Chem. 73, 64 (1961)

140) Schmidt, M.; Ruf, H.
Chem. Ber. 96, 784 (1963)

141) Schmidt, M.; Schumann, H.
Z. Naturforsch., B, 19, 74 (1964)

142) Schumann, H.; Thom, K.F.; Schmidt, M.
Angew. Chem. 75, 138 (1963)

143) Schumann, H.; Thom, K.F.; Schmidt, M.
J. Organomet. Chem. 2, 361 (1964)

144) Schumann, H.; Schmidt, M.
J. Organomet. Chem. 3, 485 (1965)

145) Schumann, H.; Schmidt, M.
Angew. Chem. 77, 1049 (1965)

146) Schumann, H.
Z. Anorg. Allg. Chem. 354, 192 (1967)

147) Schumann, H.; Weiss, R.
Angew. Chem. 82, 256 (1970)

148) Schumann, H.; Stelzer, O.; Weiss, R.; Mohtachemi, R.; Fischer, R.
Chem. Ber. 106, 48 (1973)

149) Schumann, H.; Mohtachemi, R.; Kroth, H.J.; Frank, U.
Chem. Ber. 106, 1555 (1973)

150) Schumann, H.; Mohtachemi, R.; Kroth, H.J.; Frank, U.
Chem. Ber. 106, 2049 (1973)

151) Schumann, H. Kroth, H.J.
Z. Naturforsch., B 29, 573 (1974)

152) Schumann, H.
persönliche Mitteilung

153) Sham. T.K.; Bancroft. G.M.
Inorg. Chem. 14, 2281 (1975)

154) Shelrick, G.
SHELX-76, Program for Crystal Structure Determination, Cambridge (1976)

155) Shindo, M.; Matsumura, Y.; Okawara, R.
J. Organomet. Chem. 11, 299 (1968)

156) Siebert, H.
Z. Anorg. Allg. Chem. 268, 177 (1952)

157) Siebert, H.
Z. Anorg. Allg. Chem. 273, 170 (1953)

158) Sorriso, S.; Foffani, A.; Ricci, A.; Danielli, R.
J. Organomet. Chem. 67, 369 (1974)

159) Spiesecke, H.; Schneider, W.G.
J. Chem. Phys. 35, 722 (1961)

160) Stapfer, C.H.; Leung, K.L.; Herber, R.H.
Inorg. Chem. 9, 970 (1970)

161) Tchakirian, A.; Bevillard, P.
Bull. Soc. Chim. Fr., 1300 (1950)

162) Tobias, R.S.; Ogrins, I.; Nevett, B.A.
Inorg. Chem. 1, 438 (1962)

163) Tobias, R.S.; Freidline, C.E.
Inorg. Chem. 4, 215 (1965)

164) Van den Berghe, E.V.; Van der Kelen, G.P.
J. Organomet. Chem. 6, 515 (1966)

165) Van den Berghe, E.V.; Van der Kelen, G.P.
J. Organomet. Chem. 11, 479 (1968)

166) Van den Berghe, E.V.; Van der Kelen, G.P.
J. Organomet. Chem. 26, 207 (1971)

167) Van den Berghe, E.V.; Van der Kelen, G.P.
J. Organomet. Chem. 59, 175 (1973)

168) Van der Kelen, G.P.
Nature (London) 193, 1069 (1962)

169) Van der Kerk, G.J.M.
Chem. Ztg. 99, 26 (1975)

170) Varshni, Y.P.
J. Chem. Phys. 28, 1081 (1958)

171) Vyazankin, N.S.; Bochkarev, M.N.; Sanina, L.P.
Zh. Obshch. Khim. 36, 166 (1966) durch C. A. 64, 14212g(1966)

172) Vyazankin, N.S.; Bochkarev, M.N.; Sanina, L.P.
Zh. Obshch. Khim. 36, 1154 (1966) durch C.A. 65, 10617g(1966)

173) Vyazankin, N.S.; Bochkarev, M.N.; Sanina, L.P.
Zh. Obshch. Khim. 37, 1037 (1967) durch C.A. 68, 13099t(1968)

174) Weinberg, E.L.; Tomka, L.A.
US Patent 2.789.103 durch C.A. 51, 10939 (1957)

175) Weinberg, E.L.; Tomka, L.A.
US Patent 2.858.325 durch C.A. 53, 3758 (1959)

7.2 Monographien

A1) Abel, E.W.; Armitage, D.A.:
Organosulfur Derivates of Si, Ge, Sn and Pb
in Stone, F.G.A.; West, R.:
Adv. Organometal. Chem. Vol. 5, 1 (London 1967)

A2) Albert, H.J.; Mitchell, T.N.; Neumann, W.P.: Zinn
in Korte, F.:
Methodicum Chimicum Bd. 7, 355 (Stuttgart 1976)

B1) Bähr, G.; Pawlenko, S.: Organo-Zinn-Verbindungen
in Houben-Weyl:
Methoden der Organischen Chemie Bd. 13/6, (Stuttgart 1978)

B2) Bancroft, G.M.; Platt, R.H.:
Mössbauer Spectra of Inorganic Compounds: Bonding and Structure
in Emeléus, H.J.; Sharpe, A.G.:
Adv. Inorg. Chem., Radiochem. Vol. 15, 59 (London 1972)

B3) Bent, H.A.: An Appraisal of Valence-Bond Structures and Hybridisation in Comp. of the First-Row Elements
in Chem. Rev. 61, 275 (1961)

B4) Bilz, W.: Raumchemie der festen Stoffe (Leipzig 1934)

B5) Bucourt, R.: The Torsion Angle Concept in Conformational Analysis
in Allinger, N.L.; Eliel, E.L.:
Top. Stereochem. Vol. 8, 159 (London 1974)

C1) Chambers, D.B.; Glockling, F.; Light, J.R.C.:
Mass Spectra of Organometallic Compounds
in Quart. Rev., Chem. Soc. 22, 317 (1968)

C2) Colthup, N.B.; Daly, L.H.; Wiberley, S.E.:
Introduction to Infrared and Raman Spectroscopy (London 1975)

C3) Cooper, C.W.: Tellurium (New York 1971)

C4) Crompton, T.R.: Chemical Analysis of Organomet. Comp.
Vol. 3, 15 (London 1974)

D1) Dub, M.; Weis, R.W.: Organomet. Comp. Vol. II und Vol. IIS
"Compounds of Ge, Sn, Pb"(Berlin 1967 u. 1973)

E1) Erdey, L.: Theorie u. Praxis der Gravimetrischen Analyse Bd.II
"Bestimmung der Metalle" S. 234, 277, 282, 285 (Budapest 1964)

F1) Fadini, A.: Molekülkraftkonstanten (Darmstadt 1976)

G1) Gans, P.: Vibrating Molecules (London 1975)

G2) Günther, H.: NMR-Spektroskopie (Stuttgart 1973)

H1) Harris, R.K.: N.M.R. and the Periodic Table
Chem. Soc. Rev. 5, 1 (1976)

H2) Harrison, P.G.: AnnualSurveys: "Tin"
in Seyferth, D.; King, R.B.:
J. Organomet. Chem. Libr. Vol. 4; 6; 8; 10; (1977;1978;1979;
1980) und frühere Übersichten in J. Organomet. Chem.

I1) Ingham, R.K.; Rosenberg, S.D.; Gilman, H.:
Organotin Compounds
Chem. Rev. 60, 459 (1960)

I2) Irgolic, K.J.: The Organic Chemistry of Tellurium (London 1974)

K1) Kagan, H.B.: Organische Stereochemie (Stuttgart 1977)

K2) Kennedy, J.D.; McFarlane, W.:
^{119}Sn Magnetic Shielding in Tin Compounds
Gielen, M.: Si, Ge, Sn and Pb. Comp. 1, 235 Israel (1974)

K3) Klayman, D.L.; Günther, W.H.H.: Organic Selenium Compounds
(London 1973)

M1) Majee, B.: Interpret. of Prop. of Organo Derivatives of Si, Ge, Sn and Pb by the Del re Method
Gielen, M. : Rev. Si, Ge, Sn and Pb Comp. 2, 5 (1975)

M2) Mason, J.: Correlations in Nuclear Magnetic Shielding Part I and II
in Emeléus, H.J.; Sharpe A.G.: Adv. Inorg. Chem., Radiochem Vol. 18, 197 und Vol. 22, 199 (London 1976/1979)

M3) Mathiak, K.; Stingl, P.: Gruppentheorie (Berlin 1970)

M4) Mc Farlane, W.: Nuclear Spin-Spin Coupling between Directly Bound Elements
Quart. Rev. Chem. Soc. 23, 187 (1969)

N1) Neumann, W.P.: Die Organische Chemie des Zinns (Stuttgart 1967)

P1) Parish, R.V.: The Interpretation of ^{119}Sn-Mössbauer Spectra
in Lippard, S.J.: Progr. Inorg. Chem. 15, 101 (London 1972)

P2) Pauling, L.: Die Natur der Chemischen Bindung (Weinheim 1968)

P3) Petrosyan, V.S.: NMR Spectra and Structures of Organotin Compounds
in Emsley, J.W.; Feeney, J.; Sutcliffe, L.H.:
Progr. in NMR Vol. 11, 115 (Oxford 1978)

P4) Poller, R.C.: The Chemistry of Organotin Compounds (London 1970)

R1) Ruddik, J.N.R.: A Review of ^{119}Sn Mössbauer Data Published in the Period 1970 - 1974
in Gielen, M.: Rev. Si, Ge, Sn, Pb Comp. 2, 115 (Israel 1976)

S1) Schumann, H.; Schumann-Ruidisch, I; Schmidt, M.:
Organotin Compounds with Sn-S, Sn-Se and Sn-Te Bonds
in Sawyer, A.K. Organotin Compounds Vol. 2, 297 (New York 1971)

S2) Siebert, H.: Anwendungen der Schwingungsspektroskopie in der Anorg. Chemie (Berlin 1966)

S3) Smith, P.J.: Mössbauer Parameters of Organotin Compounds in Organomet. Chem. Rev. Sect. A 5, 373 (1970)

S4) Smith, P.J.; Smith, L.: Applications of ^{119}Sn Chemical Shifts to Structural Tin Chemistry Inorg. Chim. Acta Rev. 7, 11 (1973)

S5) Stout, G.H.; Jensen, L.H.: X-Ray Structure Determination (London 1968)

S6) Sutherland, I.O.: The Investigation of the Kinetics of Conformational Changes by NMR in Mooney, E.F.: Ann. Rep. on NMR Vol. 4, 71 (1971)

T1) Tobias, R.S.: σ -Bonded Organometallic Cations in Aqueous Solutions and Crystals Organomet. Chem. Rev. 1, 93 (1966)

W1) Wilson, E.B.; Decius, J.C.; Cross, P.C.: Molecular Vibration (London 1955)

Z1) Zschunke, A.: Kernmagnetische Resonanzspektroskopie in der Organischen Chemie (Berlin 1971)

Z2) Zubieta, J.A.; Zuckermann, J.J.: Structural Tin Chemistry in Lippard, S.J.: Progr. Inorg. Chem. 24, 252 (New York 1978)

Z3) Zuckermann, J.J.: Applications of ^{119}Sn-Mössbauer Spectroscopy to the Study of Organotin Compounds in Stone, F.G.A.; West, R.: Adv. Organometal. Chem. Vol. 9, 21 (New York 1970)

Anhang I. Röntgenstrukturanalyse

a) HEXAMETHYL-TRISELENATRISTANNINAN - LAGEPARAMETER (P4(1)2(1)2

	X	Y	Z
SN1	0.0948(4)(2)	0.0884(6)	0.00000
SN2	0.3754(6)(18)	0.2186(6)(16)	0.4894(1(9)
SE1	0.2716(6)(49)	0.27166	0.50000
SE2	0.3705(5)(24)	0.3347(9)(26)	0.2633(8)(16)
C1	0.1301(4)(7)	0.1154(5)(8)	0.098(1)(32)
C2	0.0251(3)(8)	0.4416(2)(6)	0.373(8)(24)
C3	0.1151(2)(7)	0.3864(3)(5)	0.3266(1)(4)

HEXAMETHYL-TRISELENATRISTANNINAN - TEMPERATURPARAMETER BETA*E+04 (P4(1)2(1)2)

	BETA11	BETA22	BETA33	BETA12	BETA13	BETA23
SN1	111(2)	110	42(1)	-14(2)	6(1)	-4
SN2	119(1)	104(1)	36(1)	0(1)	0(1)	2(1)
SE1	126(4)	124	42(1)	-21(3)	-3(2)	3
SE2	110(2)	126(2)	45(1)	-17(2)	-6(1)	4(1)
C1	199(5)(	187(8)(	102(24)	7(5)3)	-77(33)	-57(30)
C2	140(39)	87(27)	87(19)	-5(25)	-15(23)	8(19)
C3	139(30)	204(40)	34(7)	-75(29)	8(13)	-25(16)

TRISELENA-TRISTANNINAN - STRUKTURFAKTOREN P4(1)2(1)2 SEITE 1
(* UNMESSBAR SCHWACH - ** NICHT GEMESSEN)

H	K	L	FOB	FCA	H	K	L	FOB	FCA	H	K	L	FOB	FCA	H	K	L	FOB	FCA	H	K	L	FOB	FCA
1	1	0	258.9	253.9**	2	2	7	51.5	46.1	4	0	0	60.3	61.0	7	3	1	42.2	44.8	6	2	2	127.8	132.7
3	3	0	131.3	110.4	1	1	7	161.3	151.0	6	0	0	231.2	231.2**	8	3	1	58.1	61.0	7	2	2	74.2	77.4
4	4	0	98.5	86.0	0	0	7	0.0	0.0**	8	0	0	18.3	16.5	9	3	1	57.5	59.2	8	2	2	94.5	97.8
5	5	0	161.7	157.3	0	0	8	279.4	279.4**	10	0	0	26.0	26.2	11	3	1	45.8	46.7	9	2	2	44.0	44.2
7	7	0	93.6	93.5	1	1	8	102.0	101.9	12	0	0	38.3	37.9	12	3	1	21.7	23.5	8	3	2	57.4	58.3
8	8	0	41.4	41.9	2	2	8	112.2	111.0	10	1	0	56.2	58.1	11	2	1	30.7	29.8	7	3	2	55.7	53.8
9	9	0	17.9	12.7	3	3	8	66.0	68.1	9	1	0	26.8	26.6	10	2	1	63.5	65.7	6	3	2	77.4	74.3
6	6	1	29.4	24.1	4	4	8	89.3	87.6	8	1	0	70.6	73.6	9	2	1	58.5	58.4	5	3	2	51.4	51.8
5	5	1	67.7	63.7	5	5	8	32.3	29.6	7	1	0	53.4	55.7	8	2	1	75.4	79.3	4	3	2	150.4	145.3
4	4	1	241.1	238.9	6	6	8	40.3	36.5	6	1	0	52.4	54.4	7	2	1	24.7	25.4	5	4	2	97.8	95.8
3	3	1	20.9	17.1	7	7	8	40.4	36.4	5	1	0	50.0	53.5	6	2	1	45.3	46.3	6	4	2	80.4	76.4
2	2	1	122.3	127.6	8	8	8	27.8	22.8	4	1	0	259.3	259.3**	5	2	1	15.1	14.3	7	4	2	37.4	37.6
1	1	1	25.1	21.2	4	4	9	29.7	26.3	3	1	0	102.2	107.3	4	2	1	199.6	202.7	8	4	2	30.1	32.5
0	0	1	0.0	0.0**	3	3	9	25.7	27.7	2	1	0	79.8	84.5	3	2	1	66.6	66.6	11	5	2	16.7	14.6
1	1	2	84.7	84.1	2	2	9	72.7	70.2	3	2	0	22.4	24.1	2	1	1	60.5	57.3	7	5	2	49.9	49.1
2	2	2	62.4	49.5	1	1	9	27.6	22.2	4	2	0	55.5	55.6	3	1	1	123.0	127.9	6	5	2	54.3	51.4
3	3	2	87.8	82.4	1	1	10	114.6	110.4	5	2	0	205.4	218.8	4	1	1	130.3	138.9	7	6	2	68.8	69.2
4	4	2	52.5	50.8	2	2	10	27.8	26.8	7	2	0	87.8	91.4	5	1	1	47.4	49.3	8	6	2	45.1	45.6
6	6	2	13.7	12.5	4	4	10	14.9	16.3	8	2	0	20.9	20.7	6	1	1	113.2	118.3	11	6	2	26.9	26.5
7	7	2	41.1	37.4	5	5	10	47.5	43.8	9	2	0	46.8	47.3	7	1	1	48.3	43.4	9	7	2	22.9	20.9
8	8	2	27.5	24.4	7	7	10	25.4	22.7	10	3	0	51.0	52.3	9	1	1	23.8	24.2	9	8	2	34.2	34.0
8	8	3	34.2	31.5	8	8	10	27.5	23.2	8	3	0	91.1	96.8	10	1	1	26.7	26.4	9	7	3	28.8	30.3
6	6	3	25.4	23.6	4	4	11	120.8	122.3	7	3	0	26.7	25.5	12	1	1	19.4	14.2	10	6	3	31.3	31.8
4	4	3	52.7	49.3	3	3	11	49.2	46.1	6	3	0	45.2	44.1	11	0	1	32.9	31.2	8	6	3	37.8	33.0
3	3	3	27.3	24.7	2	2	11	72.9	74.8	5	3	0	32.4	29.1	10	0	1	43.7	43.5	7	6	3	23.9	22.3
2	2	3	105.3	112.4	1	1	11	81.0	83.0	4	3	0	29.3	29.5	9	0	1	46.9	46.8	6	5	3	64.5	60.9
1	1	3	74.0	68.6	0	0	12	318.7	300.6	5	4	0	65.1	63.5	8	0	1	33.7	34.3	8	5	3	53.9	54.8
0	0	4	286.4	266.4**	1	1	12	89.6	85.7	6	4	0	77.5	79.4	6	0	1	52.4	52.7	9	5	3	52.5	52.6
1	1	4	187.4	188.7	3	3	12	26.8	27.5	7	4	0	100.7	106.9	5	0	1	118.8	125.2	11	4	3	13.1	13.1
2	2	4	195.2	206.4	8	6	12	67.8	67.1	8	4	0	25.5	24.2	4	0	1	36.9	34.6	8	4	3	24.1	21.6
3	3	4	116.6	120.2	7	7	12	36.7	34.7	9	4	0	29.6	29.9	3	0	1	279.9	299.2	7	4	3	65.8	62.9
4	4	4	173.0	152.2	6	6	13	23.9	24.3	10	5	0	15.7	17.5	2	0	1	16.0	10.7	6	4	3	101.4	93.8
5	5	4	65.8	59.9	5	5	13	30.9	30.4	7	5	0	29.4	30.7	1	0	1	240.5	240.5**	5	4	3	114.0	107.0
6	6	4	14.5	16.3	4	4	13	70.1	67.8	6	5	0	37.7	36.3	1	0	2	345.3	348.3**	4	3	3	70.3	63.8
7	7	4	30.3	30.3	2	2	13	47.5	49.3	7	6	0	23.7	22.5	2	0	2	254.6	254.5**	5	3	3	103.1	103.1
9	9	5	16.4	15.1	1	1	13	79.6	74.2	8	6	0	26.7	27.4	3	0	2	159.9	146.7	6	3	3	63.4	65.7
7	7	5	49.1	48.2	1	1	14	24.6	22.7	12	6	0	29.4	28.7	4	0	2	164.3	158.8	7	3	3	84.1	79.1
6	6	5	91.4	85.3	2	2	14	18.1	7.6	9	7	0	34.3	32.5	5	0	2	147.4	155.2	11	3	3	13.8	16.1
5	5	5	80.3	71.1	3	3	14	67.3	67.7	9	7	0	28.5	27.6	8	0	2	53.4	61.5	12	2	3	34.5	33.1
4	4	5	26.6	20.1	4	4	14	33.7	31.5	9	8	0	13.5	16.7	9	0	2	26.6	28.4	11	2	3	44.6	43.5
3	3	5	74.8	71.1	4	4	15	13.7	5.1	10	7	1	38.1	38.4	11	0	2	22.9	22.5	9	2	3	48.4	43.5
2	2	5	64.5	68.2	2	2	16	66.2	69.0	9	6	1	38.8	40.4	13	0	2	17.5	13.8	8	2	3	43.1	43.5
1	1	5	226.4	242.7	3	3	16	17.0	15.7	7	6	1	44.1	43.6	12	1	2	21.0	19.8	7	2	3	53.6	51.0
0	0	6	0.0	0.0**	5	5	15	24.5	27.0	6	5	1	38.3	34.2	11	1	2	18.5	19.3	6	2	3	93.4	100.9
1	1	6	101.9	99.2	4	4	17	22.8	24.0	8	5	1	38.9	41.4	10	1	2	48.8	39.5	5	2	3	159.1	164.9
2	2	6	52.7	44.4	2	2	17	34.6	35.1	9	5	1	43.9	46.4	9	1	2	43.3	49.4	4	2	3	77.5	81.1
3	3	6	342.9	357.3	1	1	17	55.4	54.8	10	4	1	48.5	42.3	7	1	2	64.9	67.2	3	2	3	37.9	30.5
4	4	6	107.9	105.4	3	3	18	60.1	63.8	9	4	1	17.6	15.3	6	1	2	58.4	52.5	2	1	3	221.9	220.4
5	5	6	105.4	92.6	4	4	18	27.3	26.5	8	4	1	45.2	46.3	5	1	2	207.6	220.4	3	1	3	179.1	180.3
7	7	6	24.5	21.0	2	2	19	29.6	28.5	7	4	1	44.6	43.3	4	1	2	141.1	155.5	4	1	3	126.1	131.4
9	9	6	23.4	23.1	1	1	19	22.2	24.3	6	4	1	31.1	29.2	3	1	2	99.3	80.7	5	1	3	86.0	91.3
7	7	7	42.3	37.4	0	0	20	38.9	39.5	5	4	1	90.3	91.5	2	1	2	116.2	116.3	7	1	3	44.4	41.9
6	6	7	43.5	34.7	1	1	22	27.4	25.7	4	3	1	69.3	71.7	3	2	2	107.7	109.4	6	1	3	101.3	107.5
5	5	7	30.1	31.9	3	3	24	19.7	19.4	5	3	1	119.2	119.0	4	2	2	136.9	141.2	9	1	3	40.2	44.7
4	4	7	103.4	101.3	2	0	0	145.4	134.1	4	3	1	111.2	115.5	5	2	2	45.7	42.7	10	1	1	22.1	21.3

TRISELENA-TRISTANNINAN - STRUKTURFAKTOREN P4(1)21(1)2 SEITE 2
(* UNMESSBAR SCHWACH - ** NICHT GEMESSEN)

H	K	L	FOB	FCA	H	K	L	FOB	FCA	H	K	L	FOB	FCA	H	K	L	FOB	FCA	H	K	L	FOB	FCA
12	1	3	24.3	25.2	10	4	5	13.0	10.8	7	2	5	42.2	39.6	2	0	8	37.1	32.8	16	2	4	22.6	23.4
9	0	3	30.2	33.8	9	4	5	<3.4	41.7	9	2	6	41.2	44.8	3	0	8	34.7	32.4	0	2	5	19.1	24.2
8	0	3	73.0	64.7	7	4	5	56.3	51.7	10	2	6	28.3	29.0	4	0	8	63.4	65.1	7	2	4	44.8	43.9
7	0	3	86.8	93.5	6	4	5	56.7	53.4	9	3	6	64.9	67.7	5	0	4	55.5	57.4	5	2	4	49.1	47.1
5	0	3	23.4	20.6	5	4	5	46.6	41.0	6	3	6	49.6	47.3	6	0	8	29.7	31.7	4	2	3	35.2	34.8
4	0	3	219.1	225.4	4	3	5	126.5	117.9	5	3	6	21.2	20.5	9	0	8	<0.0	50.9	3	2	3	77.2	84.1
3	0	3	67.8	54.9	6	3	5	79.7	77.7	4	3	6	75.4	73.1	11	0	8	31.3	32.7	2	1	4	123.9	122.7
2	0	3	216.0	199.2	7	3	5	38.9	37.7	5	4	6	67.5	59.1	11	1	8	13.9	13.5	3	1	9	164.7	165.0
1	0	3	105.7	108.7**	8	3	5	41.7	39.7	6	4	6	43.7	77.3	10	1	8	27.2	28.3	4	1	3	73.6	75.6
1	0	4	134.8	118.4	9	2	5	25.3	26.2	7	4	6	55.4	51.8	8	1	8	48.3	43.3	5	1	4	76.4	73.5
2	0	4	61.4	57.6	7	2	5	75.0	78.1	10	4	6	34.3	38.5	0	1	8	54.7	55.6	8	1	9	62.8	70.1
3	0	4	68.9	53.6	6	2	5	46.4	47.4	8	5	6	52.1	47.8	5	1	8	50.6	53.0	9	1	9	27.2	29.0
4	0	4	150.5	155.8	5	2	5	19.6	20.4	7	5	6	26.6	21.6	4	1	8	110.6	106.4	10	1	9	15.6	17.2
5	0	4	100.8	108.2	4	2	5	13.4	8.9	6	5	6	39.8	33.9	3	1	8	173.6	171.8	7	0	4	34.3	43.4
6	0	4	34.0	37.1	1	2	5	140.3	145.3	11	6	6	32.9	28.7	2	1	8	115.5	113.5	6	0	4	48.0	42.8
9	0	4	24.0	25.0	2	1	5	74.6	72.3	9	6	7	47.9	44.1	1	2	8	73.2	72.1	4	0	4	74.7	75.1
11	1	4	28.4	29.7	3	1	5	38.7	43.0	8	6	7	40.6	34.5	4	2	8	73.0	77.4	2	0	1	167.1	159.1
10	1	4	38.1	38.9	4	1	5	80.7	86.2	6	5	7	67.0	56.7	5	2	8	64.6	67.6	1	0	5	76.1	60.3
9	1	4	48.7	48.0	5	1	5	79.7	91.0	7	5	7	58.9	52.4	6	2	8	43.5	40.7	1	0	10	217.8	195.4
7	1	4	27.9	29.4	6	1	5	53.2	58.4	8	5	7	29.0	24.9	7	2	8	<4.8	48.0	2	0	10	61.3	58.3
6	1	4	35.1	36.0	7	1	5	116.4	124.0	9	6	7	37.7	38.8	8	2	8	35.5	38.1	3	0	10	54.9	53.3
5	1	4	88.6	88.6	8	1	5	67.6	73.5	8	4	7	29.9	27.1	9	2	8	39.6	43.8	4	0	10	43.4	43.3
4	1	4	114.6	117.7	13	1	5	24.0	23.4	7	4	7	60.7	55.6	11	3	8	28.1	27.9	5	0	10	93.8	96.4
3	1	4	159.3	154.7	12	0	5	24.3	25.0	5	4	7	25.6	22.2	8	3	8	53.4	61.7	7	0	10	41.1	43.9
2	1	4	247.6	243.9	10	0	5	26.4	27.0	4	4	7	61.1	58.6	7	3	8	40.8	39.6	8	0	10	44.8	49.3
3	2	4	133.2	129.2	9	0	5	39.2	38.5	5	3	7	32.1	28.7	6	3	8	29.1	25.7	11	1	10	23.0	21.6
4	2	4	125.2	124.1	8	0	5	81.3	90.0	6	3	7	108.5	100.8	5	3	8	91.9	89.5	9	1	10	28.1	30.6
5	2	4	79.2	78.3	7	0	5	72.6	80.2	7	3	7	41.6	42.5	4	3	8	72.9	75.1	7	1	10	45.4	40.5
6	2	4	24.9	26.9	6	0	5	19.9	22.3	8	3	7	21.6	21.2	5	4	8	46.6	46.7	6	1	10	62.3	61.2
7	2	4	51.9	53.2	5	0	5	128.4	142.4	13	2	7	16.3	15.9	7	4	8	53.2	57.3	5	1	10	137.6	130.7
9	2	4	75.4	78.1	4	0	5	72.1	74.1	9	2	7	47.2	44.9	8	4	8	34.3	31.4	4	1	10	47.5	53.4
10	2	4	66.7	67.1	3	0	5	212.0	214.8	8	2	7	43.4	44.1	11	5	8	20.5	21.2	2	1	10	55.2	50.0
11	2	4	39.4	37.5	2	0	5	231.9	220.8	7	2	7	23.7	26.9	9	5	8	45.0	41.3	3	2	10	64.3	64.4
8	3	4	82.4	81.6	1	0	5	31.9	38.5	6	2	7	52.0	52.1	7	5	8	39.3	33.1	4	2	10	73.9	65.3
7	3	4	66.1	67.6	1	0	6	85.1	85.1**	5	2	7	34.4	32.9	10	5	8	73.8	68.5	5	2	10	54.0	57.8
5	3	4	107.1	106.4	2	0	6	49.7	43.6	3	2	7	155.4	150.7	8	6	8	24.9	21.8	6	2	10	59.6	57.1
4	3	4	181.6	171.7	3	0	6	71.1	76.3	2	1	7	99.4	100.1	9	6	8	17.6	14.4	7	2	10	24.7	22.9
5	4	4	29.3	25.5	4	0	6	24.5	19.2	3	1	7	52.4	47.2	10	6	8	22.7	19.5	8	2	10	54.2	54.2
6	4	4	35.1	28.8	5	0	6	102.1	110.4	4	1	7	76.4	73.4	9	7	8	23.7	20.1	9	2	10	28.5	29.1
7	4	4	58.2	47.2	6	0	6	17.1	18.5	5	1	7	117.5	119.8	9	7	9	26.0	23.7	7	3	10	44.4	43.4
8	4	4	52.1	51.4	7	0	6	102.4	114.8	7	1	7	125.5	142.1	10	6	9	28.4	25.5	6	3	10	33.7	34.8
9	4	4	26.3	26.0	8	0	6	28.8	32.0	8	1	7	18.3	21.9	8	6	9	34.7	29.5	5	3	10	32.2	32.2
11	5	4	33.8	33.1	9	0	6	30.8	34.6	10	1	7	14.0	13.4	6	5	9	16.8	17.0	4	3	10	64.6	63.9
9	5	4	45.8	45.5	11	0	6	31.1	32.6	13	1	7	16.4	18.3	8	5	9	43.2	38.4	5	4	10	44.8	39.8
8	5	4	47.3	44.2	11	6	6	18.2	18.8	11	0	7	14.8	12.9	9	5	9	44.1	41.7	6	4	10	44.1	48.8
6	5	4	85.5	86.4	8	1	6	40.8	42.0	10	0	7	32.2	34.4	7	4	9	51.3	46.1	7	4	10	25.3	23.9
7	6	4	47.2	43.3	6	1	6	33.9	36.0	9	0	7	35.5	39.8	6	4	9	67.2	65.1	8	4	10	22.3	23.3
9	6	4	24.7	23.2	5	1	6	39.6	39.9	8	0	7	86.2	97.3	5	4	9	115.8	110.6	10	5	10	19.2	19.7
10	6	4	25.4	23.8	4	1	6	214.6	202.5	7	0	7	37.3	39.0	4	3	9	62.2	64.7	7	5	10	43.1	39.8
10	9	4	17.6	18.9	3	1	6	108.6	101.2	6	0	7	36.2	35.7	5	3	9	74.8	76.1	6	5	10	42.7	38.4
10	7	5	21.0	20.0	2	1	6	155.4	153.6	4	0	7	56.4	48.8	7	3	9	55.0	53.6	7	6	10	56.4	50.6
8	6	5	55.7	52.7	3	2	6	43.6	47.0	3	0	7	268.9	272.9	9	3	9	24.5	25.5	9	6	10	1<.1	7..
6	5	5	67.5	69.1	4	2	6	143.3	140.4	2	0	7	51.4	45.3	10	3	9	22.3	22.3	9	8	10	20.8	21.0
7	5	5	64.8	72.6	5	2	6	65.8	65.3	1	0	8	85.2	72.3	12	2	9	22.1	20.5	9	6	11	20.7	19.4
8	5	5	44.6	39.9	6	2	6	38.7	34.5	1	0	8	104.1	87.8	11	2	9	30.9	34.6	7	5	11	24.3	23.8

TRISELENA-TRISTANNINAN - STRUKTURFAKTOREN P4(1)21(1)2 SEITE 3
(* UNMESSBAR SCHWACH - ** NICHT GEMESSEN)

H	K	L	FOB	FCA	H	K	L	FOB	FCA	H	K	L	FOB	FCA	H	K	L	FOB	FCA	H	K	L	FOB	FCA
5	4	11	38.7	38.0	5	1	12	25.0	24.1	6	2	13	25.7	25.4	7	4	15	14.5	13.4	4	3	17	24.3	25.7
4	3	11	58.9	57.2	4	1	12	95.4	96.7	4	2	13	91.7	92.5	6	4	15	25.8	20.8	7	3	17	22.4	24.2
3	3	11	81.1	84.3	3	1	12	46.3	56.0	3	2	13	28.0	28.3	5	3	15	36.2	34.5	6	2	17	17.5	15.4
6	3	11	39.4	38.2	2	1	12	68.1	62.3	3	1	13	34.5	37.2	8	3	15	20.4	20.8	3	2	17	38.2	34.4
7	3	11	23.7	24.3	1	2	12	23.2	22.2	4	1	13	58.1	60.4	6	2	15	51.6	51.2	2	1	17	31.8	23.7
11	3	11	25.4	23.2	5	2	12	74.2	72.7	6	1	13	23.9	24.2	5	2	15	41.2	44.8	3	1	17	21.8	22.1
10	3	11	28.7	32.2	7	2	12	38.0	39.8	7	1	13	22.1	21.2	4	2	15	43.3	40.4	6	1	17	23.7	23.7
9	2	11	39.6	40.8	8	2	12	21.1	21.1	9	0	13	37.7	40.8	3	2	15	37.7	39.4	7	1	17	20.5	19.3
8	2	11	30.5	33.4	10	3	12	18.4	26.1	4	0	13	43.2	42.0	2	1	15	65.0	66.2	8	1	17	22.7	23.5
6	2	11	19.7	17.0	8	3	12	<5.1	15.3	3	0	13	127.1	124.1	3	1	15	29.2	27.5	5	0	17	44.1	42.9
5	2	11	47.4	49.9	7	3	12	23.1	23.4	2	0	13	40.6	35.7	5	1	15	74.8	76.1	6	2	17	42.7	38.4
4	2	11	94.7	75.7	6	3	12	24.4	25.1	1	0	13	105.9	97.7	5	1	15	25.8	26.6	2	0	18	27.0	25.8
3	2	11	68.9	63.7	5	3	12	44.2	44.3	1	0	14	42.9	40.8	7	1	15	30.9	32.8	4	0	18	17.7	17.1
2	1	11	58.9	52.8	5	4	12	37.6	38.3	2	0	14	98.9	95.1	0	1	15	27.2	25.9	5	0	18	21.2	21.0
3	1	11	68.4	69.2	6	4	12	27.9	24.4	4	0	14	69.8	68.8	0	0	15	48.8	48.7	8	0	18	24.8	21.2
4	1	11	64.7	64.8	7	4	12	46.8	47.8	5	0	14	43.7	43.5	4	0	15	71.5	69.2	4	1	18	34.1	35.9
5	1	11	40.7	41.0	8	7	12	19.9	19.5	8	0	14	20.8	20.3	2	0	15	38.8	37.3	2	1	18	35.6	32.7
6	1	11	78.4	76.2	7	5	13	17.0	16.5	5	1	14	42.4	42.0	1	0	15	70.5	69.2	3	2	18	25.1	24.8
9	1	11	24.5	27.8	9	5	13	16.1	16.1	4	1	14	45.4	47.6	4	0	16	22.7	24.3	4	2	18	13.4	13.1
8	0	11	19.0	19.0	14	4	13	24.8	22.3	3	1	14	24.2	27.6	5	0	16	26.0	24.8	9	3	18	20.5	19.7
5	0	11	93.1	96.7	8	4	13	25.4	21.8	2	1	14	38.4	39.0	5	1	16	27.1	27.8	6	4	18	16.6	20.0
4	0	11	28.5	26.4	7	4	13	21.2	20.5	0	2	14	31.3	32.7	2	1	16	35.5	36.8	3	2	19	19.7	23.0
3	0	11	110.4	108.5	6	4	13	13.2	13.9	5	2	14	24.6	26.3	3	2	16	49.1	51.3	2	1	19	24.3	20.5
2	0	11	55.7	53.1	5	4	13	26.0	32.9	6	2	14	42.7	43.4	4	2	16	44.7	47.5	3	0	19	59.7	58.5
1	0	11	58.1	53.5	4	4	13	25.6	24.9	7	2	14	41.0	42.3	8	2	16	23.8	26.9	7	0	20	17.2	5.9
1	0	12	39.3	36.9	5	3	13	38.0	39.6	8	2	14	15.1	17.1	10	3	16	17.1	16.1	3	1	20	28.9	23.8
2	0	12	53.9	50.7	6	3	13	60.0	71.7	4	3	14	39.4	39.4	4	3	16	50.8	51.6	4	2	21	16.7	14.3
5	0	12	59.3	57.1	8	3	13	17.3	17.1	5	4	14	39.8	40.1	6	5	16	15.9	17.9	3	2	21	15.8	13.2
6	0	12	110.5	112.3	9	3	13	28.5	21.0	7	4	14	23.1	23.0	8	5	17	14.0	13.9	1	4	21	20.2	20.5
8	1	12	27.4	23.1	10	3	13	21.9	25.1	8	4	14	25.6	26.5	7	5	17	21.9	22.2	0	0	0	11140.1	11140.1**
7	1	12	48.7	39.8	7	2	13	31.1	30.9	8	7	15	16.9	17.1	6	4	17	21.3	20.9					

STOP 30001

b) HEXAMETHYL-TRITELLURATRISTANNINAN (PNAM)

ATOM	X	Y	Z	U11	U22	U33	U23	U13	U12
SN11	0.1624(3)	0.2776(3)	0.25000	0.018(2)	0.013(1)	0.015(1)	0.0000	0.0000	0.000(1)
TE11	0.0172(3)	0.4743(3)	0.25000	0.012(2)	0.017(1)	0.031(2)	0.0000	0.0000	-0.000(1)
SN12	0.1255(5)	0.6548(4)	0.2116(1)	0.019(3)	0.016(2)	0.016(2)	0.001(1)	0.001(2)	0.002(2)
TE12	0.2540(3)	0.8092(3)	0.25000	0.018(2)	0.011(1)	0.036(2)	0.0000	0.0000	-0.003(1)
SN13	0.3235(5)	0.6003(4)	0.2132(1)	0.014(3)	0.018(2)	0.023(3)	0.003(1)	-0.002(2)	-0.001(2)
TE13	0.3593(3)	0.3755(3)	0.25000	0.013(2)	0.017(1)	0.019(1)	0.0000	0.0000	0.005(1)
SN21	0.2099(2)	0.6507(2)	0.60901(7)	0.011(1)	0.0137(9)	0.018(1)	-0.0017(8)	-0.002(1)	-0.001(1)
TE21	0.1128(2)	0.7030(2)	0.55060(6)	0.014(1)	0.0150(9)	0.017(1)	0.0001(8)	-0.002(1)	0.004(1)
SN22	0.2044(2)	0.5048(2)	0.51399(7)	0.012(1)	0.0116(9)	0.019(1)	0.0010(8)	-0.002(1)	0.000(1)
TE22	0.0911(2)	0.2748(2)	0.52178(6)	0.016(1)	0.0116(1)	0.020(1)	-0.0019(8)	0.000(1)	-0.003(1)
SN23	0.0914(2)	0.2786(2)	0.59083(7)	0.016(1)	0.0120(9)	0.021(1)	0.0013(8)	-0.000(1)	0.001(1)
TE23	0.2615(2)	0.3865(2)	0.61883(7)	0.016(1)	0.017(1)	0.032(1)	0.0027(9)	-0.011(1)	0.003(1)

HEXAMETHYL-TRITELLURATRISTANNINAN (PNAM)

ATOM	X	Y	Z	U11	U22	U33	U23	U13	U12
C11	0.1462(39)	0.1588(36)	0.2051(10)	0.024(5)					
C14	0.0069(81)	0.7856(74)	0.3097(20)	0.024(5)					
C15	0.2146(39)	0.5431(36)	0.1740(10)	0.024(5)					
C16	0.4767(81)	0.6620(77)	0.1920(21)	0.024(5)					
C21	0.3597(36)	0.7607(35)	0.6103(8)	0.020(3)					
C22	0.1112(36)	0.7080(33)	0.6477(9)	0.020(3)					
C23	0.3567(36)	0.4714(32)	0.5236(9)	0.020(3)					
C24	0.1789(36)	0.5423(34)	0.4640(10)	0.020(3)					
C25	-0.0429(36)	0.3933(34)	0.6056(10)	0.020(3)					
C26	0.0864(37)	0.0718(34)	0.6046(9)	0.020(3)					

OBSERVED AND CALCULATED STRUCTURE FACTORS FOR HEXAMETHYL-TRITELLURATRISTANNINAN PNAM PAGE 1

H	K	L	FO	FC	H	K	L	FO	FC	H	K	L	FO	FC	H	K	L	FO	FC	H	K	L	FO	FC
M	0	2	622	600	0	2	10	427	477	0	4	28	1057	-1073	0	7	23	227	-95	0	11	19	400	387
0	0	4	1626	1739	0	2	12	134	198	0	4	30	146	-179	0	7	19	683	-572	0	11	17	192	-164
0	0	6	2425	-2159	0	2	14	756	933	0	4	34	309	-298	0	7	17	384	361	0	11	13	233	235
0	0	8	2936	2523	0	2	16	507	634	0	4	36	119	-62	0	7	15	151	40	0	11	11	707	690
M	0	10	611	577	0	2	18	436	559	0	4	38	337	-326	0	7	13	226	229	0	11	9	264	-236
0	0	12	201	-63	0	2	20	615	-707	0	4	40	278	264	0	7	11	952	-946	0	11	7	576	-555
0	0	14	2542	-2221	0	2	22	185	-193	0	4	42	113	-85	0	7	3	1041	-1040	0	11	5	612	-606
0	0	16	406	403	0	2	26	481	493	0	4	44	208	197	0	7	1	388	-405	0	11	3	498	517
0	0	18	576	-590	0	2	28	227	232	0	5	43	266	-235	0	8	0	687	815	0	12	0	383	-444
0	0	20	1260	1132	0	2	30	251	276	0	5	39	174	160	0	8	2	159	176	0	12	6	481	512
0	0	22	1988	-1814	0	2	32	324	-356	0	5	35	276	-216	0	8	6	167	172	1	12	8	323	309
0	0	24	842	714	0	2	34	391	-427	0	5	33	427	-398	0	8	8	1005	1011	1	12	7	142	130
0	0	26	1950	-1688	0	2	36	705	-700	0	5	31	221	149	0	8	10	756	760	1	12	6	243	-203
0	0	28	273	193	0	2	38	430	-436	0	5	29	464	-459	0	8	12	129	113	1	12	5	359	348
0	0	30	2406	-2046	0	2	40	572	-511	0	5	27	199	-161	0	8	14	150	-125	1	12	4	462	-428
0	0	32	198	141	0	2	42	476	-451	0	5	25	678	-677	0	8	16	123	128	1	12	2	234	-255
0	0	34	411	-356	0	2	44	717	-633	0	5	23	392	388	0	8	20	456	-453	1	12	1	235	248
0	0	36	672	590	0	2	46	295	-243	0	5	21	199	-144	0	8	22	683	-700	1	11	0	427	482
0	0	38	407	-327	0	3	47	180	-193	0	5	19	199	-78	0	8	30	342	-346	1	11	3	454	490
0	0	40	172	189	0	3	43	488	466	0	5	17	458	-439	0	8	36	138	-131	1	11	5	278	-301
0	0	44	696	573	0	3	37	217	-214	0	5	15	319	340	0	9	33	380	-368	1	11	6	181	-195
0	0	46	221	-213	0	3	35	231	179	0	5	13	986	955	0	9	29	445	-410	1	11	9	491	-512
0	0	48	128	131	0	3	33	180	-61	0	5	11	718	684	0	9	27	493	483	1	11	10	201	199
0	1	47	121	106	0	3	29	659	660	0	5	9	370	-285	0	9	25	140	29	1	11	11	610	594
0	1	43	213	209	0	3	27	473	512	0	5	3	1338	1249	0	9	23	451	431	1	11	13	219	-246
0	1	41	894	-753	0	3	23	212	-206	0	6	0	429	482	0	9	21	647	-593	1	11	14	158	-150
0	1	39	143	-97	0	3	19	732	826	0	6	2	165	46	0	9	19	234	166	1	11	15	255	224
0	1	35	921	839	0	3	17	782	-861	0	6	4	677	564	0	9	17	548	-492	1	11	16	367	-363
0	1	31	840	-787	0	3	15	1025	-1080	0	6	6	431	178	0	9	15	250	238	1	11	17	587	-583
0	1	29	892	-882	0	3	13	1881	-1963	0	6	8	549	390	0	9	13	928	-899	1	11	18	310	-281
0	1	27	235	-233	0	3	11	295	252	0	6	12	238	175	0	9	9	371	-327	1	11	21	373	-376
M	1	23	478	-522	0	3	9	245	-103	0	6	16	465	459	0	9	7	1037	997	1	10	26	150	-143
0	1	21	966	-1091	0	3	5	748	-626	0	6	18	493	430	0	9	5	192	-122	1	10	24	193	200
M	1	19	262	280	0	3	1	410	316	0	M	20	656	564	0	9	3	500	484	1	10	23	137	-135
0	1	17	425	515	0	4	0	527	550	0	6	22	441	-358	0	9	1	544	-532	1	10	22	326	-322
0	1	15	1617	2023	0	4	2	1611	1629	0	M	24	245	-212	0	10	0	659	741	1	10	21	247	260
0	1	13	562	703	0	4	4	1788	1755	0	6	28	311	278	0	10	2	391	401	1	10	18	282	-264
0	1	11	1268	1517	0	4	6	794	706	0	M	30	307	-273	0	10	4	572	585	1	10	15	467	-456
0	1	9	465	-554	0	4	8	209	-166	0	M	32	697	-622	0	10	8	279	166	1	10	14	387	-376
0	1	7	160	134	0	4	10	666	-668	0	6	34	626	-560	0	10	10	442	-410	1	10	13	386	-372
0	1	5	215	-217	0	4	12	1669	1637	0	M	36	218	-105	0	10	16	397	359	1	10	11	344	-325
0	1	3	289	288	0	4	14	118	-77	0	M	40	281	-275	0	10	18	240	-117	1	10	10	121	120
0	1	1	438	432	0	4	16	478	-459	0	M	42	536	-456	0	10	20	254	122	1	10	9	186	153
0	2	0	1612	-1686	0	4	18	1486	-1518	0	7	37	128	123	0	10	22	270	140	1	10	8	372	381
0	2	2	324	-359	0	4	20	144	103	0	7	35	177	-67	0	10	24	309	252	1	10	6	356	-366
0	2	4	400	350	0	4	22	603	587	0	7	33	458	493	0	10	26	385	-406	1	10	4	116	-114
0	2	6	1437	1441	0	4	24	464	-488	0	7	31	321	238	0	10	28	649	-588	1	10	3	491	-487
0	2	8	570	587	0	4	26	958	-1008	0	7	27	433	-417	0	11	21	238	-186	1	10	0	618	653

OBSERVED AND CALCULATED STRUCTURE FACTORS FOR HEXAMETHYL-TRITELLURATRISTANNINAN PNAM

H	K	L	FO	FC
1	9	0	635	-667
1	9	2	730	-688
1	9	3	871	-850
1	9	4	185	-152
1	9	7	552	-528
1	9	8	121	-76
1	9	9	252	-181
1	9	11	791	-746
1	9	12	334	-321
1	9	14	298	281
1	9	15	517	-539
1	9	16	312	281
1	9	17	277	-221
1	9	18	463	440
1	9	19	613	-573
1	9	21	264	200
1	9	23	374	-336
1	9	24	214	202
1	9	25	272	-245
1	9	26	363	328
1	9	27	679	-632
1	9	28	584	504
1	9	29	371	310
1	9	31	262	223
1	9	33	369	300
1	8	37	255	186
1	8	36	185	-165
1	8	34	181	-69
1	8	31	250	-251
1	8	29	398	-409
1	8	26	133	85
1	8	25	197	-197
1	8	22	622	644
1	8	21	164	-106
1	8	20	224	106
1	8	19	205	-193
1	8	18	299	185
1	8	17	384	392
1	8	15	377	374
1	8	14	656	684
1	8	13	1079	1107
1	8	12	207	-171
1	8	11	236	218
1	8	10	634	-631
1	8	9	201	165
1	8	8	869	-846
1	8	7	349	-323
1	8	6	445	353
1	8	5	160	131
1	8	4	361	311
1	8	3	470	450
1	8	2	195	-132
1	8	0	1008	-1106
1	7	0	754	784
1	7	2	603	617
1	7	3	208	-170
1	7	4	192	149
1	7	5	592	565
1	7	6	370	-342
1	7	7	681	433
1	7	8	196	-163
1	7	9	214	-167
1	7	10	373	-391
1	7	11	699	-738
1	7	12	239	209
1	7	13	359	-373
1	7	14	417	-444
1	7	15	139	114
1	7	16	241	-242
1	7	17	178	-179
1	7	18	482	-507
1	7	19	784	-863
1	7	20	177	166
1	7	21	567	-623
1	7	22	264	250
1	7	25	470	431
1	7	26	474	-378
1	7	27	247	183
1	7	28	567	-525
1	7	29	635	-534
1	7	30	386	-229
1	7	31	656	-591
1	7	33	221	116
1	7	34	229	201
1	7	36	291	283
1	7	39	210	-175
1	7	40	435	380
1	6	41	436	404
1	6	38	166	148
1	6	35	385	-397
1	6	32	245	221
1	6	29	716	668
1	6	28	498	497
1	6	26	605	-519
1	6	25	493	535
1	6	24	201	-192
1	6	23	203	-120
1	6	22	435	-334
1	6	21	637	689
1	6	20	172	142
1	6	19	356	-317
1	6	18	660	-661
1	6	17	158	125
1	6	16	769	-752
1	6	15	1176	-1154
1	6	13	523	-488
1	6	12	656	632
1	6	11	979	-931
1	6	10	526	522
1	6	9	597	553
1	6	8	230	207
1	6	7	220	-113
1	6	6	318	-297
1	6	5	586	524
1	6	4	452	423
1	6	3	788	-749
1	6	2	427	-408
1	6	1	336	359
1	6	0	245	262
1	5	0	1749	-1948
1	5	1	472	-476
1	5	2	494	-444
1	5	4	882	-805
1	5	5	1487	-1416
1	5	6	657	622
1	5	7	913	-824
1	5	8	514	-508
1	5	9	483	-408
1	5	10	378	370
1	5	11	123	-43
1	5	12	494	-242
1	5	13	719	-721
1	5	14	505	515
1	5	15	916	-905
1	5	16	193	99
1	5	17	687	-659
1	5	18	423	430
1	5	19	413	319
1	5	20	526	-516
1	5	21	703	-659
1	5	22	379	378
1	5	23	786	-799
1	5	24	508	-294
1	5	25	900	-946
1	5	26	1005	895
1	5	30	725	756
1	5	35	453	403
1	5	37	285	252
1	5	40	267	-258
1	5	42	177	-144
1	5	44	307	-299
1	4	44	173	-149
1	4	41	280	-271
1	4	38	409	392
1	4	35	296	262
1	4	32	627	-576
1	4	31	268	-344
1	4	29	309	-298
1	4	27	585	-496
1	4	26	618	618
1	4	24	356	-273
1	4	23	396	-408
1	4	22	282	218
1	4	21	219	-196
1	4	20	293	135
1	4	19	294	-96
1	4	18	1223	1221
1	4	17	399	395
1	4	16	246	161
1	4	15	1090	1058
1	4	14	147	148
1	4	13	820	770
1	4	12	1186	-1153
1	4	11	578	561
1	4	10	272	186
1	4	9	161	-123
1	4	8	557	-448
1	4	7	625	-362
1	4	6	332	146
1	4	5	193	134
1	4	4	1056	-965
1	4	3	232	-218
1	4	2	555	492
1	4	1	361	327
1	4	0	111	-108
1	3	0	760	766
1	3	1	694	653
1	3	2	972	883
1	3	3	1522	1435
1	3	4	583	-485
1	3	5	336	-268
1	3	6	339	-178
1	3	7	703	-688
1	3	0	1172	1164
1	2	0	1177	1148
1	4	1	269	-231
1	4	2	440	-425
1	4	3	1307	1215
1	4	4	1163	-1092
1	4	5	408	221
1	4	6	1126	-1065
1	4	7	1276	1146
1	4	8	623	584
1	4	9	453	-231
1	4	10	344	274
1	4	11	1044	970
1	4	12	764	-749
1	4	14	913	-879
1	4	15	1372	1320
1	4	16	195	106
1	4	17	232	-76
1	4	18	312	330
1	4	19	454	379
1	4	20	192	-55
1	4	21	406	-406
1	4	22	-520	-592
1	4	23	716	788
1	4	24	488	343
1	4	25	330	279
1	4	26	274	304
1	4	27	515	568
1	4	29	636	-702
1	4	31	259	-203
1	4	32	263	322
1	4	33	536	-555
1	4	41	358	-411
1	4	44	289	313
1	5	44	336	-351
1	5	41	169	-186
1	5	39	249	-258
1	5	35	240	280
1	5	31	403	-404
1	5	30	371	381
1	5	29	337	-352
1	5	28	304	-344
1	5	27	382	278
1	5	26	534	586
1	5	25	285	320
1	5	22	610	655
1	5	21	551	-600
1	5	20	279	-255
1	5	18	440	407
1	5	17	358	390
1	5	16	314	302
1	5	15	478	486
1	5	14	612	615
1	5	12	278	-249
1	5	10	647	-606
1	5	9	171	140
1	5	8	716	-675
1	5	7	368	334
1	5	6	891	804
1	5	5	148	111
1	5	4	299	-184
1	5	3	135	62
1	5	2	262	204
1	5	1	191	-171
1	5	0	1767	-1649
1	6	0	668	-653
1	6	1	258	-259
1	6	2	801	-766
1	6	3	264	275
1	6	4	215	-174
1	6	5	216	-183
1	6	6	265	-209
1	6	7	250	-202
1	6	8	467	-431
1	6	9	466	453
1	6	10	581	-579
1	6	11	285	-248
1	6	12	391	-393
1	6	13	286	286
1	6	14	253	250
1	6	15	764	-768
1	6	16	236	240
1	6	17	253	228
1	6	19	306	320
1	6	20	151	-111
1	6	21	438	484
1	6	22	226	202
1	6	23	314	342
1	6	24	588	599
1	6	25	319	-182
1	6	26	159	175
1	6	27	414	444
1	6	28	219	77
1	6	29	327	347
1	6	31	357	392

OBSERVED AND CALCULATED STRUCTURE FACTORS FOR HEXAMETHYL-TRITELLURATRISTANNINAN PNAM

H	K	L	FO	FC
1	2	3	381	285
1	2	2	269	-275
1	2	1	120	-33
1	1	0	823	-881
1	1	1	155	-180
1	1	2	290	-282
1	1	3	1482	-1507
1	1	4	416	-399
1	1	5	213	219
1	1	6	330	213
1	1	7	284	268
1	1	8	397	-315
1	1	9	726	-793
1	1	10	242	163
1	1	11	1225	-1292
1	1	12	271	-258
1	1	13	737	-801
1	1	14	319	335
1	1	15	221	249
1	1	17	436	-497
1	1	19	956	-1116
1	1	20	252	-292
1	1	21	632	-696
1	1	23	384	-458
1	1	25	146	179
1	1	27	772	-867
1	1	30	289	273
1	1	33	319	335
1	1	39	136	140
1	1	41	128	142
1	1	43	156	151
1	1	49	228	204
2	0	0	2513	-2161
2	0	1	1099	970
2	0	2	265	177
2	0	3	2686	2283
2	0	4	425	460
2	0	5	1925	1648
2	0	8	2028	-1946
2	0	13	871	1071
2	0	16	834	-946
2	0	18	960	-1020
2	0	23	1106	956
2	0	25	505	522
2	0	28	414	-450
2	0	30	659	716
2	0	33	531	-525
2	0	35	616	-687
2	0	38	372	373
2	0	40	392	372
2	0	42	370	329
2	0	44	240	184
2	0	47	551	399
2	0	49	191	162
2	1	49	341	328
2	1	46	203	-222
2	1	44	342	-340
2	1	43	256	-283
2	1	38	343	366
2	1	34	285	-310
2	1	32	690	-706
2	1	30	313	-321
2	1	28	349	354
2	1	26	499	502
2	1	25	407	-487
2	1	24	231	205
2	1	23	393	462
2	1	22	293	246
2	1	21	206	152
2	1	20	758	832
2	1	19	230	-235
2	1	18	1270	1522
2	1	17	166	-273
2	1	16	295	946
2	1	15	426	529
2	1	14	178	166
2	1	13	718	867
2	1	12	881	-1078
2	1	11	670	533
2	1	10	866	-929
2	1	9	409	-454
2	1	8	629	-574
2	1	5	141	53
2	1	4	458	-265
2	1	3	699	733
2	1	2	325	-256
2	1	0	275	-260
2	2	0	538	-559
2	2	1	241	-239
2	2	2	1498	-1572
2	2	3	1569	-1617
2	2	5	692	-706
2	2	6	1233	-1278
2	2	7	624	-603
2	2	8	453	441
2	2	10	955	-1034
2	2	11	125	-150
2	2	12	160	173
2	2	13	263	-312
2	2	14	689	-765
2	2	16	738	827
2	2	17	590	631
2	2	19	544	595
2	2	20	788	881
2	2	21	528	566
2	2	22	458	-498
2	2	23	429	-475
2	2	24	567	612
2	2	28	976	1082
2	2	31	580	644
2	2	33	699	734
2	2	36	519	525
2	2	40	298	317
2	2	42	229	-266
2	2	45	331	-324
2	2	47	524	-524
2	3	44	498	494
2	3	41	242	234
2	3	38	394	-410
2	3	36	326	318
2	3	34	189	127
2	3	31	600	653
2	3	26	487	-502
2	3	25	220	-250
2	3	23	660	603
2	3	22	738	-769
2	3	21	327	276
2	3	20	359	-296
2	3	19	283	-196
2	3	18	1272	-1318
2	3	17	251	-250
2	3	16	301	-312
2	3	14	1001	2
2	3	12	1013	1042
2	3	11	526	-559
2	3	10	520	456
2	3	9	292	-232
2	3	8	1105	1101
2	3	7	319	280
2	3	6	545	-498
2	3	5	160	-55
2	3	4	326	241
2	3	3	272	-271
2	3	2	276	211

H	K	L	FO	FC
1	3	7	1035	-1004
1	3	8	693	-630
1	3	9	194	-132
1	3	10	322	304
1	3	11	161	146
1	3	12	666	-713
1	3	15	1541	-1579
1	3	16	762	-811
1	3	17	950	-994
1	3	18	471	421
1	3	19	307	-293
1	3	21	175	-65
1	3	22	379	361
1	3	23	320	-290
1	3	24	200	-226
1	3	25	654	-721
1	3	28	317	-353
1	3	33	507	-575
1	3	38	415	442
1	3	42	355	359
1	3	45	207	236
1	3	47	406	391
1	2	46	417	-380
1	2	44	295	290
1	2	40	464	429
1	2	38	824	-801
1	2	35	246	-211
1	2	32	752	793
1	2	28	432	-453
1	2	27	202	308
1	2	24	599	656
1	2	23	283	273
1	2	22	378	-399
1	2	21	298	220
1	2	20	398	-411
1	2	19	354	213
1	2	18	1185	-1263
1	2	17	375	-342
1	2	16	1106	1198
1	2	15	656	-719
1	2	14	758	-802
1	2	13	445	-488
1	2	12	995	1028
1	2	11	230	-143
1	2	10	975	-963
1	2	8	1554	1291
1	2	6	433	-396
1	2	4	219	171

H	K	L	FO	FC
2	5	20	279	-255
2	5	18	440	407
2	5	17	358	390
2	5	16	314	302
2	5	15	478	486
2	5	14	612	615
2	5	12	278	-249
2	5	10	647	-606
2	5	9	171	140
2	5	8	716	-675
2	5	7	368	334
2	5	6	891	804
2	5	5	148	111
2	5	4	299	-184
2	5	3	135	62
2	5	2	262	204
2	5	1	191	-171
2	5	0	1767	-1649
2	6	0	668	-653
2	6	1	258	-259
2	6	2	801	-766
2	6	3	264	275
2	6	4	215	-174
2	6	5	216	-183
2	6	6	265	-209
2	6	7	250	-202
2	6	8	467	-431
2	6	9	466	453
2	6	10	581	-579
2	6	11	285	-248
2	6	12	391	-393
2	6	13	286	286
2	6	14	253	250
2	6	15	764	-768
2	6	16	236	240
2	6	17	253	228
2	6	19	306	320
2	6	20	151	-111
2	6	21	438	484
2	6	22	226	202
2	6	23	314	342
2	6	24	588	599
2	6	25	319	-182
2	6	26	159	175
2	6	27	414	444
2	6	28	219	77
2	6	29	327	347
2	6	31	357	392

OBSERVED AND CALCULATED STRUCTURE FACTORS FOR HEXAMETHYL-TRITELLURATRISTANNINAN PNAM

H	K	L	FO	FC	H	K	L	FO	FC	H	K	L	FO	FC	H	K	L	FO	FC	H	K	L	FO	FC
2	6	32	479	458	2	8	15	461	450	2	10	23	253	247	3	10	0	672	670	3	8	10	430	-439
2	6	34	249	267	2	8	17	495	505	2	10	24	321	-307	3	9	1	217	-196	3	8	9	235	218
2	6	37	148	172	2	8	18	519	-518	2	10	25	654	659	3	9	2	485	498	3	8	8	296	290
2	6	40	232	228	2	8	20	262	292	2	10	26	291	228	3	9	3	408	-379	3	8	6	177	-117
2	6	41	245	212	2	8	22	192	176	2	11	20	227	218	3	9	4	418	399	3	8	5	585	577
2	6	42	335	300	2	8	23	174	-169	2	11	18	173	141	3	9	5	529	-503	3	8	4	449	-444
2	7	38	299	275	2	8	26	190	-186	2	11	17	147	99	3	9	6	267	269	3	8	3	739	-748
2	7	37	157	-111	2	8	27	236	-216	2	11	16	377	373	3	9	7	214	-192	3	8	2	152	-112
2	7	35	348	310	2	8	28	300	307	2	11	15	609	624	3	9	9	331	350	3	8	1	602	597
2	7	33	271	-265	2	8	30	296	310	2	11	14	161	-134	3	9	10	243	-225	3	7	1	795	803
2	7	31	172	123	2	8	31	125	-36	2	11	11	177	-162	3	9	12	409	418	3	7	2	405	418
2	7	30	207	-204	2	8	32	303	300	2	11	10	519	-510	3	9	13	300	-289	3	7	3	1199	1225
2	7	28	230	-120	2	8	33	251	221	2	11	9	206	-186	3	9	15	464	-498	3	7	4	357	-361
2	7	27	517	494	2	8	36	207	213	2	11	8	176	-143	3	9	16	166	171	3	7	5	716	703
2	7	26	342	-308	2	9	29	240	198	2	11	7	601	573	3	9	17	411	448	3	7	6	614	638
2	7	25	357	-365	2	9	28	399	392	2	11	5	134	-119	3	9	18	315	-322	3	7	7	201	159
2	7	22	141	93	2	9	22	404	-416	2	11	2	314	286	3	9	19	564	602	3	7	9	246	230
2	7	21	149	-144	2	9	21	291	308	2	11	1	471	-495	3	9	21	133	176	3	7	10	1072	1142
2	7	19	877	882	2	9	20	148	-152	2	12	0	210	-216	3	9	22	149	145	3	7	11	938	994
2	7	18	218	196	2	9	18	151	-140	2	12	4	217	-232	3	9	23	249	-230	3	7	12	373	-391
2	7	17	386	-387	2	9	16	167	-165	2	12	5	338	-319	3	9	24	135	-131	3	7	13	595	625
2	7	16	542	-533	2	9	12	163	151	3	11	2	282	244	3	9	26	188	-190	3	7	14	469	537
2	7	15	157	104	2	9	11	226	214	3	11	3	271	253	3	9	27	376	433	3	7	15	335	381
2	7	14	182	166	2	9	10	487	495	3	11	4	215	209	3	9	28	409	-454	3	7	16	410	-462
2	7	13	658	-628	2	9	8	418	394	3	11	5	337	347	3	9	29	379	383	3	7	17	178	-158
2	7	12	448	-429	2	9	7	167	-111	3	11	6	242	263	3	9	30	175	-120	3	7	18	532	612
2	7	11	1058	1014	2	9	5	120	105	3	11	7	167	155	3	9	31	239	276	3	7	19	187	175
2	7	10	295	252	2	9	3	171	135	3	11	8	122	84	3	8	34	266	-298	3	7	20	406	-485
2	7	9	372	-326	2	9	2	407	-395	3	11	9	218	221	3	8	32	389	-437	3	7	21	377	409
2	7	8	549	-510	2	9	1	223	227	3	11	11	196	177	3	8	31	331	-369	3	7	22	165	-118
2	7	7	157	-34	2	9	0	145	162	3	11	12	212	212	3	8	29	319	349	3	7	23	321	369
2	7	5	831	-754	2	10	0	248	-281	3	11	13	593	647	3	8	28	268	265	3	7	24	417	-515
2	7	4	227	180	2	10	1	261	308	3	11	15	480	515	3	8	27	305	-295	3	7	25	344	396
2	7	3	753	688	2	10	4	682	-692	3	11	16	165	151	3	8	26	533	536	3	7	31	328	-430
2	7	2	416	394	2	10	5	568	566	3	11	17	351	393	3	8	25	618	696	3	7	33	400	-487
2	7	0	804	760	2	10	6	185	-180	3	10	26	558	-614	3	8	23	580	-636	3	6	41	165	-202
2	8	0	620	-570	2	10	7	549	528	3	10	19	197	-227	3	8	22	156	-146	3	6	38	238	-307
2	8	2	574	-547	2	10	8	380	-353	3	10	18	658	-753	3	8	21	170	186	3	6	34	415	576
2	8	3	335	-298	2	10	11	127	122	3	10	16	414	-438	3	8	20	348	390	3	6	32	242	385
2	8	4	302	286	2	10	12	132	-134	3	10	14	206	-233	3	8	19	343	-380	3	6	25	339	-521
2	8	6	333	-332	2	10	13	335	-320	3	10	13	192	196	3	8	18	817	916	3	6	22	202	-246
2	8	7	199	-157	2	10	14	222	-233	3	10	12	533	582	3	8	17	156	94	3	6	21	313	-245
2	8	8	399	-372	2	10	15	292	297	3	10	11	194	-197	3	8	16	876	947	3	6	20	864	-1118
2	8	9	227	218	2	10	16	287	-290	3	10	8	155	146	3	8	15	234	-249	3	6	19	351	361
2	8	10	580	-558	2	10	17	137	-112	3	10	7	161	-152	3	8	14	367	-387	3	6	18	534	-612
2	8	11	231	199	2	10	18	248	243	3	10	6	206	-203	3	8	13	352	-378	3	6	17	295	-280
2	8	12	444	418	2	10	20	195	175	3	10	4	543	545	3	8	12	414	-410	3	6	16	639	-701
2	8	13	625	612	2	10	22	185	170	3	10	2	189	172	3	8	11	411	-419	3	6	15	276	266

OBSERVED AND CALCULATED STRUCTURE FACTORS FOR HEXAMETHYL-TRITELLURATRISTANNINAN PNAM

H	K	L	FO	FC	H	K	L	FO	FC	H	K	L	FO	FC	H	K	L	FO	FC	H	K	L	FO	FC
3	8	11	669	603	3	4	37	117	179	3	3	19	190	-148	3	2	1	147	-125	4	0	16	1612	1382
3	6	10	1156	1118	3	4	35	386	-433	3	3	20	521	-626	3	2	0	341	-366	4	0	19	733	-868
3	6	9	427	-385	3	4	34	352	-368	3	3	21	282	-272	3	1	0	243	222	4	0	21	805	-964
3	6	8	532	470	3	4	32	134	-112	3	3	22	291	155	3	1	1	968	945	4	0	26	1208	1015
3	6	7	394	-280	3	4	30	319	-399	3	3	23	962	1174	3	1	2	1341	1310	4	0	29	1121	-942
3	6	6	579	297	3	4	29	247	283	3	3	25	540	640	3	1	3	214	138	4	0	31	899	-771
3	6	5	609	-513	3	4	28	233	235	3	3	27	450	538	3	1	4	370	-237	4	0	33	349	-345
3	6	4	470	-436	3	4	26	237	-301	3	3	28	431	-456	3	1	5	250	-88	4	0	38	730	-586
3	6	0	568	571	3	4	25	161	35	3	3	29	568	-631	3	1	6	973	882	4	0	40	617	-321
3	5	0	1534	1478	3	4	24	506	628	3	3	30	297	314	3	1	7	1207	-1182	4	0	42	560	-450
3	5	1	526	-475	3	4	23	162	58	3	3	32	192	-161	3	1	9	668	687	4	0	45	608	483
3	5	2	254	231	3	4	22	177	196	3	3	32	177	-79	3	1	10	686	693	4	0	47	273	249
3	5	3	1678	-1572	3	4	21	307	403	3	3	33	227	-220	3	1	11	781	812	4	5	47	271	-280
3	5	4	753	669	3	4	20	662	799	3	3	36	412	-495	3	1	12	231	-153	4	1	45	259	372
3	5	5	169	-130	3	4	19	319	-368	3	3	35	358	-401	3	1	13	512	564	4	1	44	282	-292
3	5	6	234	-86	3	4	18	219	267	3	3	34	199	-237	3	1	14	249	198	4	1	41	604	652
3	5	8	384	321	3	4	16	614	779	3	2	46	326	380	3	1	15	476	-529	4	1	39	393	-461
3	5	9	135	78	3	4	15	846	-1055	3	2	42	269	-325	3	1	16	374	-269	4	1	37	244	230
3	5	10	243	82	3	4	14	284	298	3	II	39	228	-252	3	1	17	535	512	4	1	35	329	-351
3	5	11	566	-565	3	4	13	299	354	3	2	37	174	109	3	1	18	592	485	4	1	34	264	-316
3	5	12	177	-119	3	4	12	143	-149	3	2	36	237	-256	3	1	19	619	630	4	1	33	213	202
3	5	13	212	218	3	4	11	520	-635	3	2	35	253	165	3	1	20	470	-209	4	1	31	228	-232
3	5	15	393	413	3	4	10	995	-1280	3	2	34	230	-198	3	1	21	757	865	4	1	29	624	615
3	5	16	161	116	3	4	9	417	552	3	2	33	336	346	3	1	22	468	-252	4	1	27	511	483
3	5	17	565	655	3	4	8	612	-517	3	2	31	280	-283	3	1	23	415	-422	4	1	25	632	563
3	5	18	201	158	3	4	7	241	-340	3	2	30	348	403	3	1	24	580	-621	4	1	24	567	534
3	5	20	312	337	3	4	5	241	367	3	2	29	238	-225	3	1	26	138	159	4	1	23	305	-235
3	5	21	383	459	3	4	3	181	266	3	2	28	233	274	3	1	28	425	-434	4	1	22	422	243
3	5	22	277	-267	3	4	2	615	-679	3	2	27	166	-206	3	1	29	540	651	4	1	21	625	591
3	5	24	224	202	3	4	1	162	181	3	2	26	207	-207	3	1	32	552	-834	4	1	20	519	433
3	5	26	530	-591	3	3	II	531	-570	3	2	25	398	384	3	1	36	241	-284	4	1	19	417	-272
3	5	27	438	-389	3	3	1	581	-615	3	2	24	566	-673	3	1	37	207	227	4	1	18	402	266
3	5	28	202	-74	3	3	II	435	446	3	2	23	323	-264	3	1	40	218	-322	4	1	17	609	424
3	5	29	519	557	3	3	3	648	681	3	2	21	291	-213	3	1	42	157	-161	4	1	15	2137	-2062
3	5	30	687	-734	3	3	4	398	374	3	2	19	552	-586	3	1	43	141	-210	4	1	14	1025	761
3	5	31	710	715	3	3	5	708	780	3	2	18	427	-511	3	1	46	134	75	4	1	13	630	-584
3	5	32	325	-120	3	3	II	874	915	3	II	17	633	747	3	1	47	208	-286	4	1	11	1389	-1353
3	5	33	602	690	3	3	7	1306	1482	3	2	16	620	-751	4	0	0	1081	-909	4	1	10	1140	-1092
3	5	34	630	-296	3	3	9	205	135	3	2	15	231	232	4	0	2	972	-776	4	1	9	1178	1139
3	5	38	132	-123	3	3	10	323	332	3	2	14	210	-259	4	0	3	1164	897	4	1	8	597	-575
3	5	39	186	203	3	3	11	145	-114	3	2	13	262	297	4	0	4	1575	-1315	4	1	7	426	-363
3	5	41	147	146	3	3	12	285	311	3	2	12	725	891	4	0	5	538	416	4	1	6	224	135
II	5	43	242	-289	3	3	13	230	240	3	2	11	629	-743	4	0	6	381	218	4	1	5	565	528
3	4	46	285	-320	3	3	14	533	660	3	2	10	421	475	4	0	7	652	501	4	1	4	820	770
3	4	44	160	-182	3	3	15	885	1104	3	2	5	483	298	4	0	8	2092	1778	4	1	3	543	-491
3	4	43	133	-149	3	3	16	158	-57	3	2	4	245	178	4	0	10	704	566	4	1	2	1157	-1094
3	4	41	283	341	3	3	17	251	246	3	2	3	879	-945	4	0	11	700	-567	4	1	1	729	609
3	4	40	180	226	3	3	18	220	-206	3	2	2	252	296	4	0	14	726	-630	4	1	0	1169	-1078

OBSERVED AND CALCULATED STRUCTURE FACTORS FOR HEXAMETHYL-TRITELLURATRISTANNINAN PNAM PAGE 6

H	K	L	FO	FC
4	2	0	1981	1851
4	2	1	753	-705
4	2	2	836	857
4	2	3	298	-294
4	2	4	557	629
4	2	5	1133	-1212
4	2	6	291	-250
4	2	7	263	-295
4	2	8	160	92
4	2	9	656	-726
4	2	10	220	-215
4	2	11	350	-369
4	2	12	147	65
4	2	13	1026	-1155
4	2	14	295	-287
4	2	15	770	-882
4	2	16	230	-169
4	2	17	704	-849
4	2	18	288	-258
4	2	20	309	311
4	2	21	436	-483
4	2	22	171	32
4	2	23	292	-295
4	2	24	340	173
4	2	25	817	-887
4	2	26	745	-736
4	2	28	523	-561
4	2	30	631	-674
4	2	31	608	612
4	2	35	118	148
4	2	38	149	-60
4	2	39	282	335
4	2	42	177	204
4	2	44	220	238
4	2	45	148	-157
4	2	46	249	280
4	3	42	376	392
4	3	41	225	-293
4	3	39	202	-220
4	3	38	168	227
4	3	35	405	440
4	3	34	328	358
4	3	32	278	187
4	3	31	342	-374
4	3	30	268	180
4	3	29	690	-569
4	3	28	396	-408
4	3	26	339	-363
4	3	25	280	-309
4	3	24	230	-210
4	3	23	300	-329
4	3	22	334	325
4	3	21	453	-564
4	3	20	500	-532
4	3	19	352	373
4	3	18	320	-374
4	3	17	332	354
4	3	16	961	-1157
4	3	15	394	488
4	3	14	525	617
4	3	13	494	588
4	3	12	131	-119
4	3	11	687	767
4	3	10	658	745
4	3	8	504	-505
4	3	7	536	-550
4	3	6	318	272
4	3	5	494	-533
4	3	4	206	92
4	3	3	639	714
4	3	2	451	456
4	4	0	760	-744
4	4	1	753	736
4	4	2	1035	-1074
4	4	3	330	301
4	4	4	1321	1343
4	4	5	402	382
4	4	6	250	210
4	4	7	589	-592
4	4	8	201	-166
4	4	9	313	-271
4	4	10	381	-428
4	4	11	128	111
4	4	12	631	723
4	4	13	255	282
4	4	14	592	679
4	4	15	151	-171
4	4	16	199	207
4	4	17	561	-640
4	4	18	387	-455
4	4	19	575	-666
4	4	20	368	452
4	4	21	183	-86
4	4	23	348	-407
4	4	24	329	387
4	4	25	221	-157
4	4	26	528	-562
4	4	27	694	-766
4	4	28	605	601
4	4	30	157	62
4	4	31	408	-440
4	4	33	209	-198
4	4	34	478	-558
4	4	36	270	-245
4	4	39	126	144
4	4	42	313	-380
4	4	44	202	-231
4	5	42	244	-267
4	5	39	579	643
4	5	37	241	-245
4	5	36	228	242
4	5	34	211	-233
4	5	31	471	531
4	5	29	345	308
4	5	28	517	583
4	5	27	181	-62
4	5	26	345	386
4	5	25	237	-237
4	5	23	265	238
4	5	22	361	-383
4	5	21	234	100
4	5	20	360	412
4	5	19	367	335
4	5	18	539	652
4	5	17	659	-758
4	5	16	466	547
4	5	15	172	45
4	5	14	324	-354
4	5	13	681	-766
4	5	12	207	-213
4	5	11	232	242
4	5	9	543	-592
4	5	8	323	371
4	5	7	252	186
4	5	6	345	-389
4	5	5	417	-424
4	5	4	331	-457
4	5	3	187	-49
4	5	2	451	-470
4	5	1	185	-182
4	6	0	596	638
4	6	1	396	-380
4	6	2	214	171
4	6	3	651	-665
4	6	4	472	416
4	6	5	307	-273
4	6	6	544	-270
4	6	7	379	346
4	6	8	617	636
4	6	9	509	-553
4	6	11	545	-572
4	6	12	749	810
4	6	13	1086	-1169
4	6	14	550	-622
4	6	16	163	48
4	6	17	449	-464
4	6	18	538	-518
4	6	19	296	-285
4	6	20	347	278
4	6	21	622	-637
4	6	22	385	-350
4	6	23	244	-197
4	6	24	309	-257
4	6	26	310	-350
4	6	27	155	-82
4	6	29	190	-182
4	6	30	158	-153
4	6	34	327	-316
4	6	36	251	273
4	6	38	178	-195
4	7	37	206	-209
4	7	35	187	-115
4	7	34	245	259
4	7	33	180	-161
4	7	29	290	-340
4	7	28	333	-397
4	7	23	478	584
4	7	22	215	177
4	7	21	208	-271
4	7	20	174	-120
4	7	19	299	-345
4	7	18	163	-163
4	7	17	244	-253
4	7	15	340	445
4	7	11	287	-326
4	7	10	215	-153
4	7	9	293	-276
4	7	8	201	-97
4	7	7	706	777
4	7	6	150	10
4	7	5	330	300
4	7	4	241	-207
4	7	3	149	68
4	7	2	361	331
4	7	1	412	-406
4	8	2	579	716
4	8	4	554	-547
4	8	5	297	-281
4	8	6	290	286
4	8	7	214	-201
4	8	9	244	-244
4	8	10	296	296
4	8	11	206	-215
4	8	12	684	-721
4	8	13	197	-202
4	8	14	140	137
4	8	15	175	-168
4	8	18	724	787
4	8	19	246	-255
4	8	20	176	-168
4	8	21	400	-442
4	8	22	181	222
4	8	23	297	-321
4	8	24	173	-172
4	8	25	284	-311
4	8	26	316	346
4	8	28	433	-471
4	8	29	296	-280
4	8	30	193	-188
4	8	31	160	-143
4	8	32	365	-390
4	8	34	137	143
4	9	31	165	139
4	9	30	229	254
4	9	29	239	-253
4	9	28	188	-189
4	9	25	291	-319
4	9	22	225	262
4	9	21	369	-407
4	9	20	241	-223
4	9	19	176	189
4	9	18	182	-156
4	9	15	377	381
4	9	14	260	270
4	9	9	321	-325
4	9	8	237	-230
4	9	7	149	-9
4	9	6	258	202
4	9	5	572	-563
4	9	4	147	-123

OBSERVED AND CALCULATED STRUCTURE FACTORS FOR HEXAMETHYL-TRITELLURATRISTANNINAN PNAM PAGE 7

H	K	L	FO	FC
4	10	5	400	408
4	10	4	238	187
4	10	3	176	-141
4	10	6	255	145
4	10	7	419	-425
4	10	8	491	456
4	10	9	198	-97
4	10	10	276	246
4	10	14	176	168
4	10	15	551	-602
4	10	16	209	165
4	10	17	324	-360
4	10	18	281	-272
4	10	19	191	-175
4	10	20	331	-338
4	10	22	370	-386
4	10	24	261	236
4	10	25	297	-342
4	11	17	266	-264
4	11	15	597	-628
4	11	13	354	-361
4	11	12	259	-232
4	11	11	159	134
4	11	9	199	181
4	11	8	173	-113
4	11	7	232	-201
4	11	6	156	-144
4	11	5	165	117
4	11	4	177	-176
4	11	3	212	265
4	11	2	203	112
4	11	1	265	-296
4	11	6	317	-288
4	11	7	202	-159
4	11	8	147	-104
4	11	10	346	-344
4	11	12	279	-307
4	11	13	236	225
5	10	22	174	196
5	10	20	324	-352
5	10	19	200	-215
5	10	18	251	269
5	10	17	390	394
5	10	16	196	-195
5	10	15	233	237
5	10	13	829	810
5	10	12	371	-385
5	10	11	189	176
5	10	10	339	324
5	10	9	301	307
5	10	7	286	-247
5	10	6	223	181
5	10	5	480	449
5	10	4	502	-497
5	10	3	256	220
5	10	2	381	446
5	9	1	353	-443
5	9	2	424	399
5	9	3	165	-24
5	9	4	651	-651
5	9	5	229	-82
5	9	6	507	-457
5	9	7	515	441
5	9	8	251	-179
5	9	9	388	-351
5	9	10	298	282
5	9	11	189	-153
5	9	12	336	-349
5	9	13	366	-353
5	9	14	462	-473
5	9	16	563	-582
5	9	17	429	-427
5	9	18	164	49
5	9	19	179	-61
5	9	20	176	-68
5	9	21	181	-108
5	9	22	189	103
5	9	23	385	405
5	9	24	175	-163
5	9	25	185	-186
5	8	34	249	-204
5	8	31	562	513
5	8	30	268	78
5	8	29	675	647
5	8	28	366	370
5	8	26	155	-165
5	8	24	246	226
5	8	23	192	161
5	8	22	246	-138
5	8	21	734	731
5	8	20	338	288
5	8	19	264	206
5	8	18	362	-311
5	8	17	404	-359
5	8	16	250	170
5	8	15	878	-841
5	8	13	535	-511
5	8	12	401	395
5	8	11	266	-187
5	8	10	377	-321
5	8	9	253	125
5	8	7	351	-195
5	8	6	333	-140
5	8	5	295	-61
5	8	4	565	499
5	8	2	624	-648
5	8	0	432	-439
5	7	0	1868	-2091
5	7	2	1645	-1522
5	7	3	427	-387
5	7	4	282	-224
5	7	5	270	229
5	7	8	449	-429
5	7	10	469	-467
5	7	11	346	-322
5	7	13	460	466
5	7	14	534	526
5	7	16	368	329
5	7	17	395	377
5	7	19	374	-350
5	7	20	243	-177
5	7	24	488	460
5	7	26	443	433
5	7	28	593	555
5	7	30	529	511
5	7	32	387	356
5	7	33	198	150
5	6	39	287	-277
5	6	36	271	272
5	6	34	272	-278
5	6	31	339	-340
5	6	29	596	-582
5	6	27	244	-268
5	6	25	137	-153
5	6	21	315	-328
5	6	20	579	592
5	6	19	357	-390
5	6	18	440	-464
5	6	17	823	833
5	6	15	950	970
5	6	14	440	-439
5	6	13	1188	1211
5	6	12	622	643
5	6	10	582	-621
5	6	6	595	-424
5	6	4	628	676
5	6	0	276	296
5	5	0	269	281
5	5	1	272	286
5	5	2	736	793
5	5	3	398	388
5	5	4	502	-501
5	5	5	372	-297
5	5	6	483	-468
5	5	8	976	-1025
5	5	10	389	-421
5	5	11	372	382
5	5	12	264	-268
5	5	13	748	-776
5	5	14	307	-315
5	5	15	430	-439
5	5	16	578	-584
5	5	17	346	-309
5	5	19	385	399
5	5	20	282	255
5	5	22	645	648
5	5	24	232	-149
5	5	27	299	338
5	5	28	505	-492
5	5	33	208	-191
5	5	34	411	409
5	5	36	330	330
5	5	38	455	437
5	5	40	444	417
5	5	42	399	423
5	4	43	319	261
5	4	41	182	186
5	4	29	290	309
5	4	27	405	399
5	4	25	446	470
5	4	23	217	171
5	4	15	662	-681
5	4	13	899	-962
5	4	11	797	-852
5	4	10	227	187
5	4	9	387	417
5	4	8	364	314
5	4	7	529	498
5	4	5	433	363
5	4	4	413	-396
5	4	3	482	-494
5	4	2	250	-231
5	4	1	231	-207
5	4	0	333	-347
5	3	0	1655	-1805
5	3	1	1323	1404
5	3	2	969	-990
5	3	3	632	-639
5	3	4	1398	-1438
5	3	5	552	540
5	3	6	516	-507
5	3	7	1295	-1337
5	3	8	255	165
5	3	9	591	646
5	3	13	655	679
5	3	14	615	-625
5	3	15	511	-555
5	3	17	380	443
5	3	18	345	386
5	3	19	255	-228
5	3	21	478	509
5	3	23	840	-870
5	3	26	815	832
5	3	28	780	780
5	3	30	584	678
5	3	31	570	-551
5	3	33	242	214
5	3	35	256	-174
5	3	36	374	342
5	3	37	270	287
5	3	42	325	-297
5	3	45	217	161
5	2	42	434	434
5	2	39	207	203
5	2	36	273	-272
5	2	34	404	394
5	2	30	327	-350
5	2	29	324	368
5	2	27	490	-475
5	2	24	436	461
5	2	23	542	-567
5	2	21	462	460
5	2	20	350	-380
5	2	18	335	348
5	2	15	205	186
5	2	14	395	393
5	2	13	594	585
5	2	12	946	-989
5	2	11	1140	1144
5	2	10	351	326

OBSERVED AND CALCULATED STRUCTURE FACTORS FOR HEXAMETHYL-TRITELLURATRISTANNINAN PNAM

H	K	L	FO	FC
5	2	7	1150	-1156
5	2	1	1240	1255
5	2	0	962	998
5	1	0	854	-761
5	1	1	995	-978
5	1	2	474	-407
5	1	4	649	-658
5	1	6	242	-190
5	1	7	828	766
5	1	8	1247	-1208
5	1	9	365	-335
5	1	11	581	-570
5	1	12	974	-986
5	1	14	665	637
5	1	16	530	-535
5	1	19	267	-292
5	1	22	451	495
5	1	23	409	535
5	1	29	359	-371
5	1	31	346	319
5	1	32	391	340
5	1	34	621	590
5	1	38	389	371
5	1	42	715	614
6	0	0	1410	-1387
6	0	1	267	-46
H	0	2	2030	-1913
6	0	3	327	-259
H	0	4	1426	1347
6	0	5	781	-726
6	0	6	327	78
H	0	8	359	-128
H	0	9	506	-506
6	0	10	696	-610
H	0	11	1629	1557
6	0	12	535	423
H	0	14	526	512
6	0	15	1245	1192
H	0	16	628	502
6	0	19	962	990
6	0	20	573	568
H	0	21	573	561
6	0	24	345	362
H	0	25	357	-370
6	0	28	1139	1039
H	0	31	859	745
6	0	34	743	-701
6	0	39	616	557
6	0	42	527	-528
6	0	45	654	-590
6	1	45	402	-364
6	1	43	354	352
6	1	40	327	-287
6	1	39	364	317
6	1	37	452	-438
6	1	31	951	879
6	1	27	422	405
6	1	26	426	501
6	1	24	600	-614
6	1	23	620	730
6	1	22	463	-447
6	1	20	594	-538
6	1	19	547	525
6	1	17	1025	-987
6	1	16	366	-289
6	1	14	750	-650
6	1	13	1903	-1801
6	1	12	415	255
6	1	11	516	-163
6	1	10	1289	1271
6	1	9	959	-951
6	1	8	971	929
6	1	7	1375	1316
6	1	5	951	-878
6	1	4	1407	-1338
6	1	3	390	-329
6	1	2	562	525
6	1	1	1389	-1342
6	2	0	1719	1727
6	2	1	331	-262
6	2	2	946	937
6	2	3	961	966
6	2	4	684	681
6	2	5	751	725
6	2	6	456	-314
6	2	7	1280	1249
6	2	8	325	¶¶
6	2	9	472	422
6	2	11	401	385
6	2	12	307	299
6	2	14	375	-361
6	2	15	640	695
6	2	16	695	-673
6	2	18	634	-651
6	2	19	334	323
6	2	23	846	861
6	2	25	586	520
6	2	26	584	-662
6	2	27	515	591
6	2	28	471	-437
6	2	30	338	-311
6	2	32	253	-255
6	2	39	177	-164
6	2	42	289	253
6	2	44	312	280
6	3	43	199	-181
6	3	41	184	-155
6	3	35	182	-115
6	3	32	459	-442
6	3	31	394	-356
6	3	29	278	-280
6	3	27	646	-626
6	3	26	427	410
6	3	19	535	-541
6	3	18	766	777
6	3	15	1034	1098
6	3	13	865	883
6	3	12	548	-588
6	3	11	242	202
6	3	9	261	-103
6	3	7	1375	1316
6	3	5	879	890
6	3	4	675	-704
6	3	2	568	622
6	3	1	364	362
6	4	0	597	-568
6	4	1	365	-395
6	4	2	493	-500
6	4	3	280	-280
6	4	4	480	-479
6	4	6	227	-92
6	4	8	730	762
6	4	9	637	685
6	4	10	319	-321
6	4	13	495	536
6	4	14	330	-362
6	4	16	1010	1058
6	4	17	945	944
6	4	18	427	405
6	4	19	404	377
6	4	22	363	-370
6	4	24	245	249
6	4	26	531	508
6	4	27	407	389
6	4	33	293	313
6	4	35	185	165
6	4	37	205	199
6	4	38	262	-306
6	4	39	352	-335
6	4	42	238	-221
6	5	36	259	-246
6	5	32	329	319
6	5	31	216	255
6	5	29	209	206
6	5	27	279	278
6	5	26	451	-453
6	5	24	325	332
6	5	20	213	-186
6	5	19	298	320
6	5	18	532	-508
6	5	16	233	-232
6	5	15	365	-398
6	5	14	487	515
6	5	13	648	-679
6	5	8	351	-323
6	5	6	342	299
6	5	5	475	-502
6	5	4	768	823
6	6	0	352	374
6	6	1	493	504
6	6	2	624	660
6	6	3	519	563
6	6	4	322	-300
6	6	6	256	174
6	6	7	246	-115
6	6	9	283	139
6	6	10	402	367
6	6	11	1046	1060
6	6	13	456	494
6	6	15	361	375
6	6	16	210	-217
6	6	18	263	-219
6	6	19	552	553
6	6	20	347	-348
6	6	21	573	559
6	6	24	177	-196
6	6	28	400	-398
6	6	29	294	270
6	6	31	188	162
6	6	34	265	216
6	7	34	196	-148
6	7	33	255	-254
6	7	31	187	-199
6	7	29	227	-232
6	7	27	368	367
6	7	26	178	-160
6	7	21	225	-182
6	7	19	266	245
6	7	12	273	270
6	7	11	462	468
6	7	10	252	184
6	7	5	292	-210
6	7	3	943	991
6	7	0	326	-324
6	8	2	381	-411
6	8	3	468	501
6	8	4	733	792
6	8	6	340	-343
6	8	7	609	634
6	8	10	536	-567
6	8	11	355	381
6	8	12	429	454
6	8	15	265	305
6	8	16	201	208
6	8	18	193	-213
6	8	19	346	359
6	8	20	531	544
6	8	21	244	231
6	8	23	569	564
6	8	24	190	137
6	8	25	191	220
6	8	26	414	-415
6	8	27	292	318
6	8	28	252	246
6	9	24	284	-288
6	9	18	531	505
6	9	12	322	-346
6	9	4	323	-308
6	9	2	662	658
6	9	0	453	492
6	10	0	434	-435
6	10	1	475	-492
6	10	3	561	-556
6	10	6	306	329
6	10	7	427	405
6	10	8	245	-185
6	10	9	313	257
6	10	10	316	275
6	10	11	237	-169
6	10	13	444	428

OBSERVED AND CALCULATED STRUCTURE FACTORS FOR HEXAMETHYL-TRITELLURATRISTANNINAN PNAM

H	K	L	FO	FC
6	10	14	359	329
A	10	15	687	667
6	10	16	325	-270
6	10	17	714	693
B	10	21	204	-148
6	11	10	471	447
H	11	9	384	-354
6	11	7	642	609
6	11	6	636	603
6	11	1	426	-423
6	11	0	352	-370
F	11	3	394	-407
7	10	16	474	454
7	10	15	239	193
7	10	13	257	259
7	10	12	259	259
7	10	10	626	-617
7	10	5	332	305
7	10	4	596	628
7	10	2	627	-649
7	10	0	388	-407
7	9	0	431	421
7	9	1	769	786
7	9	2	431	440
7	9	3	505	529
7	9	4	716	743
7	9	5	343	298
7	9	6	340	349
7	9	7	340	-339
7	9	10	272	258
7	9	11	457	432
7	9	12	402	399
7	9	14	291	326
7	9	16	418	-406
7	9	17	223	-201
7	9	18	514	-508
7	9	23	257	-256
7	9	25	225	215
7	8	27	193	202
7	8	26	307	-308
7	8	22	272	-246
7	8	21	283	-285
7	8	20	415	-386
7	8	18	337	-368
7	8	17	210	226
7	8	16	479	-484
7	8	15	315	-269
7	8	13	366	-383
7	8	11	561	-586
7	8	10	618	651
7	8	8	399	307
7	8	5	342	-366
7	8	3	528	-555
7	8	1	497	-528
7	8	0	644	688
7	7	0	403	441
7	7	2	664	-706
7	7	3	412	-429
7	7	5	955	-1003
7	7	7	271	-277
7	7	8	595	595
7	7	9	302	292
7	7	13	374	-372
7	7	14	327	-332
7	7	15	236	-254
7	7	16	535	570
7	7	18	429	462
7	7	19	251	267
7	7	20	381	395
7	7	21	317	-305
7	7	22	307	-308
7	7	23	193	-199
7	7	25	579	-576
7	7	28	265	239
7	7	30	232	-240
7	7	31	397	405
7	7	32	445	-445
7	7	34	524	-494
7	6	37	232	240
7	6	35	302	-319
7	6	31	523	-516
7	6	30	375	-432
7	6	27	325	-336
7	6	26	205	209
7	6	25	227	232
7	6	24	321	324
7	6	23	399	-426
7	6	21	395	435
7	6	20	351	358
7	6	19	355	-335
7	6	18	225	250
7	6	16	731	787
7	6	15	500	-525
7	6	13	724	749
7	6	12	657	-680
7	6	10	566	-581
7	6	9	467	500
7	6	7	743	-768
7	6	5	339	-364
7	6	4	336	-327
7	6	0	322	-317
7	5	1	548	-567
7	5	2	545	511
7	5	3	773	-793
7	5	4	597	611
7	5	5	772	-700
7	5	6	1064	1056
7	5	7	283	-142
7	5	8	350	-322
7	5	9	583	-573
7	5	12	302	-277
7	5	13	323	-311
7	5	14	878	927
7	5	15	283	218
7	5	17	237	-209
7	5	18	283	268
7	5	20	414	-388
7	5	21	288	-221
7	5	22	295	290
7	5	23	269	-249
7	5	25	500	-465
7	5	27	320	-321
7	5	28	459	-454
7	5	30	241	-192
7	5	31	450	448
7	5	33	213	182
7	5	35	331	174
7	5	36	587	-561
7	5	38	216	-154
7	5	39	311	316
7	5	40	206	-207
7	5	43	192	170
7	5	44	242	-199
7	5	45	306	-271
7	5	46	569	-554
7	5	47	261	247
7	5	48	407	390
7	5	49	531	477
7	5	50	645	-601
7	5	51	578	488
7	5	52	371	-355
7	5	53	287	285
7	5	54	196	-148
7	5	55	255	-254
7	4	8	586	631
7	4	5	339	-364
7	4	3	336	-327
7	4	2	322	-317
7	3	1	548	-567
7	3	2	545	511
7	3	3	773	-793
7	3	4	597	611
7	3	5	772	-700
7	3	6	1064	1056
7	3	7	283	-142
7	3	8	350	-322
7	3	9	583	-573
7	3	12	302	-277
7	3	13	323	-311
7	3	14	878	927
7	3	15	283	218
7	3	17	237	-209
7	3	18	283	268
7	3	20	414	-388
7	3	21	288	-221
7	3	22	295	290
7	3	23	269	-249
7	3	25	500	-465
7	3	27	320	-321
7	3	28	459	-454
7	3	30	241	-192
7	3	31	450	448
7	3	33	213	182
7	3	35	331	174
7	3	36	587	-561
7	3	38	216	-154
7	3	39	311	316
7	3	40	206	-207
7	3	43	192	170
7	3	44	242	-199
7	3	45	306	-271
7	3	46	569	-554
7	3	47	261	247
7	3	48	407	390
7	3	49	531	477
7	3	50	645	-601
7	3	51	578	488
7	3	52	371	-355
7	3	53	287	285
7	3	54	196	-148
7	3	55	255	-254
7	2	14	313	319
7	2	11	669	-655
7	2	10	727	-673
7	2	9	287	-31
7	2	8	979	-891
7	2	7	1027	1005
7	2	6	433	238
7	2	5	365	278
7	2	4	665	-640
7	2	3	356	-226
7	2	2	372	156
7	2	1	815	-792
7	2	0	883	-900
7	1	0	820	859
7	1	1	985	925
7	1	2	923	847
7	1	3	345	52
7	1	4	547	447
7	1	5	330	372
7	1	6	509	485
7	1	7	736	-595
7	1	8	491	459
7	1	9	467	353
7	1	10	560	564
7	1	12	446	429
7	1	15	696	-678
7	1	19	325	-219
7	1	23	548	-489
7	1	24	462	-458
7	1	26	263	-244
7	1	31	534	-497
7	1	32	610	-579
7	1	34	351	-309
7	1	40	201	-181
7	1	42	357	-309
8	0	0	967	937
8	0	1	1025	-985
8	0	2	820	821
8	0	3	1398	-1316
8	0	4	388	121
8	0	5	1464	-1397
8	0	6	1151	-951
8	0	9	719	-668
8	0	10	1298	-1196
8	0	11	673	-594
8	0	12	636	-345
8	0	13	1645	-1568
8	0	14	668	-533

OBSERVED AND CALCULATED STRUCTURE FACTORS FOR HEXAMETHYL-TRITELLURATRISTANNINAN PNAM

H	K	L	FO	FC
8	0	15	355	-347
8	0	16	939	930
8	0	18	279	-58
8	0	19	350	345
8	0	20	618	544
8	0	21	817	-738
8	0	23	568	-516
8	0	24	870	840
8	0	30	526	-498
8	0	32	444	370
8	0	35	563	554
8	0	36	382	235
8	0	40	586	511
8	0	42	339	258
8	0	43	362	339
8	1	42	500	261
8	1	37	211	203
8	1	35	227	203
8	1	34	282	277
8	1	32	475	469
8	1	30	257	266
8	1	28	578	-531
8	1	26	493	-461
8	1	25	275	-247
8	1	23	641	-575
8	1	21	271	132
8	1	20	576	-576
8	1	18	1215	-1155
8	1	17	467	327
8	1	16	890	-923
8	1	13	315	279
8	1	12	776	753
8	1	11	458	412
8	1	10	573	550
8	1	9	325	55
8	1	7	1043	-922
8	1	6	422	296
8	1	5	698	-565
8	1	4	530	497
8	1	3	435	-349
8	1	2	682	660
8	1	1	436	389
8	2	0	718	-755
8	2	1	781	755
8	2	2	539	-504
8	2	3	951	941
8	2	4	617	-592
8	2	5	577	548
8	2	6	342	-305
8	2	8	242	283
8	2	12	279	292
8	2	13	358	328
8	2	14	310	-271
8	2	17	383	-406
8	2	18	339	-325
8	2	19	518	-513
8	2	20	272	-247
8	2	26	248	235
8	2	27	278	-286
8	2	29	360	-361
8	2	30	290	336
8	2	31	655	-624
8	2	32	293	331
8	2	33	419	-422
8	2	34	202	191
8	2	36	228	189
8	3	40	206	214
8	3	34	425	-433
8	3	33	400	-425
8	3	29	210	-201
8	3	28	348	315
8	3	27	561	586
8	3	24	239	194
8	3	23	288	240
8	3	20	583	576
8	3	19	487	457
8	3	17	329	-306
8	3	16	707	696
8	3	15	258	-222
8	3	13	360	-396
8	3	11	574	550
8	3	10	980	-983
8	3	8	298	-267
8	3	7	327	251
8	3	5	434	-377
8	3	4	450	388
8	3	3	1222	1234
8	3	2	643	-638
8	3	0	996	-1038
8	4	0	550	-552
8	4	1	881	-907
8	4	4	352	-146
8	4	5	1110	-1157
8	4	6	372	-256
8	4	8	683	-639
8	4	9	854	-893
8	4	10	361	-285
8	4	13	903	-940
8	4	15	357	-350
8	4	16	317	-261
8	4	17	836	-873
8	4	18	352	220
8	4	19	244	204
8	4	20	409	344
8	4	21	283	-292
8	4	22	380	313
8	4	24	266	-204
8	4	25	776	-785
8	4	28	231	268
8	4	30	362	231
8	4	31	799	787
8	4	36	264	268
8	4	38	372	384
8	4	39	489	446
8	5	38	241	259
8	5	34	304	322
8	5	32	191	-232
8	5	29	192	-198
8	5	24	466	-502
8	5	20	261	-276
8	5	18	240	245
8	5	17	279	266
8	5	16	650	-670
8	5	15	220	180
8	5	13	287	-311
8	5	12	426	-438
8	5	11	414	-426
8	5	10	863	929
8	5	7	547	531
8	5	4	785	-816
8	5	3	294	-252
8	5	2	844	892
8	5	1	523	-552
8	5	0	666	689
8	6	1	279	-281
8	6	2	763	-786
8	6	4	438	458
8	6	6	427	-435
8	6	8	359	-361
8	6	10	332	-322
8	6	11	391	-419
8	6	15	210	228
8	6	18	204	-215
8	6	19	472	-500
8	6	20	275	277
8	6	21	471	-519
8	6	24	384	406
8	6	26	325	-330
8	6	28	291	322
8	6	29	462	-484
8	6	31	269	-293
8	6	32	309	305
8	7	27	415	-458
8	7	26	267	275
8	7	20	236	-243
8	7	18	211	231
8	7	15	412	414
8	7	14	240	262
8	7	12	312	-327
8	7	4	304	-301
8	7	3	529	-581
8	7	2	276	-275
8	7	0	401	-448
8	8	2	289	-311
8	8	4	517	-541
8	8	11	300	-330
8	8	13	408	-427
8	8	15	480	-506
8	8	17	199	-229
8	8	19	186	-213
8	8	20	230	-259
8	8	23	189	-201
8	8	26	260	271
8	9	23	274	260
8	9	22	255	254
8	9	19	300	335
8	9	17	456	-465
8	9	13	461	-487
8	9	11	498	535
8	9	10	374	-358
8	9	9	281	-248
8	9	8	438	-425
8	9	7	445	434
8	9	3	545	567
8	10	4	433	-412
8	10	5	447	-447
8	10	6	410	-432
8	10	7	555	-543
8	10	9	249	-230
8	10	10	460	-505
8	10	11	315	324
8	10	14	549	-544
9	0	2	514	-538
9	0	4	429	-424
9	0	5	594	645
9	0	6	321	-302
9	0	8	366	325
9	0	9	302	338
9	0	13	928	961
9	0	14	370	-310
9	0	15	568	553
9	0	16	365	329
9	0	17	496	522
9	0	19	274	-303
9	0	24	309	-331
9	0	25	220	-207
9	0	21	294	242
9	0	19	220	-207
9	0	18	319	-324
9	0	17	258	242
9	0	16	309	-317
9	0	15	206	148
9	0	14	498	-511
9	0	13	718	753
9	0	12	421	408
9	0	8	246	232
9	0	7	559	-558
9	0	5	310	249
9	0	2	659	712
9	0	1	393	389
9	0	0	684	694
9	1	1	313	294
9	1	2	468	476
9	1	3	535	-535
9	1	5	630	-672
9	1	9	290	297
9	1	10	358	-363
9	1	12	246	-270
9	1	15	347	-350
9	1	16	219	-234
9	1	21	606	642
9	1	22	471	500
9	1	28	473	-484
9	1	29	641	654
9	1	28	302	316
9	1	27	261	-273
9	1	26	274	287

OBSERVED AND CALCULATED STRUCTURE FACTORS FOR HEXAMETHYL-TRITELLURATRISTANNINAN PNAM

H	K	L	FO	FC
9	6	14	249	250
9	6	13	694	-783
9	6	11	287	-315
9	6	10	639	-452
9	6	8	276	-229
9	6	7	779	835
9	6	5	373	374
9	6	4	473	526
9	6	2	534	-565
9	6	1	268	-215
9	6	0	807	-860
9	5	0	966	-1100
9	5	1	627	385
9	5	2	959	-989
9	5	3	819	950
9	5	10	268	116
9	5	11	991	1027
9	5	13	404	391
9	5	14	301	310
9	5	15	711	679
9	5	16	214	-170
9	5	18	232	-232
9	5	19	508	517
9	5	20	217	-158
9	5	25	196	171
9	5	27	259	224
9	5	28	586	533
9	5	30	398	392
9	5	31	302	-283
9	5	32	323	269
9	5	35	224	212
9	4	37	245	239
9	4	35	220	216
9	4	34	211	212
9	4	33	301	288
9	4	31	225	-219
9	4	28	338	-332
9	4	26	298	-298
9	4	25	451	-425
9	4	20	274	-278
9	4	18	281	-255
9	4	17	636	605
9	4	16	497	-496
9	4	15	326	343
9	4	14	231	195
9	4	13	615	632
9	4	10	344	340
9	4	9	277	205
9	4	7	477	-474
9	4	3	534	-513
9	4	2	403	411
9	4	0	645	677
9	3	0	588	631
9	3	3	665	-663
9	3	4	353	-373
9	3	6	421	-432
9	3	8	583	-583
9	3	9	577	598
9	3	11	275	-265
9	3	12	632	-661
9	3	16	454	-443
9	3	17	668	637
9	3	18	550	454
9	3	19	361	286
9	3	20	358	345
9	3	21	316	228
9	3	22	212	188
9	3	25	372	384
9	3	27	404	399
9	3	29	256	232
9	3	32	192	-196
9	3	33	270	250
9	3	36	183	177
9	3	38	534	502
9	2	38	259	-266
9	2	36	276	259
9	2	33	299	-296
9	2	30	399	-389
9	2	28	438	410
9	2	27	444	419
9	2	25	368	-384
9	2	24	311	310
9	2	22	641	-633
9	2	21	349	350
9	2	20	374	218
9	2	19	274	266
9	2	18	305	195
9	2	17	323	-288
9	2	16	883	853
9	2	15	1009	-987
9	2	14	797	-783
9	2	10	361	-276
9	2	9	354	285
9	2	8	1107	1120
9	2	7	438	-406
9	2	6	738	-714
9	2	4	1149	1117
9	2	2	651	-612
9	2	0	946	984
9	1	0	971	-991
9	1	1	366	313
9	1	4	677	-664
9	1	5	708	689
9	1	9	450	414
9	1	13	896	876
9	1	15	308	274
9	1	16	541	541
9	1	20	328	-303
9	1	21	703	637
9	1	23	262	238
9	1	25	339	311
9	1	26	502	472
9	1	29	273	282
9	1	30	297	274
9	1	32	199	200
9	1	34	250	247
9	1	35	325	-293
9	0	0	1187	1215
9	0	1	546	-443
9	0	2	1797	1828
9	0	3	352	172
9	0	5	557	512
9	0	8	387	-393
9	0	9	423	398
9	0	10	879	845
9	0	11	773	-756
9	0	15	756	-801
9	0	16	988	-948
9	0	18	263	237
9	0	19	238	-230
9	0	21	432	388
9	0	22	336	333
9	0	23	511	508
9	0	24	892	-843
9	0	26	365	-328
9	0	28	664	-597
9	0	31	464	429
9	0	32	690	-622
9	0	35	500	-441
9	0	38	288	280
9	1	36	191	185
9	1	31	392	-331
9	1	30	585	-533
9	1	29	503	-471
10	1	27	391	-367
10	1	26	388	-385
10	1	22	289	-266
10	1	21	335	-357
10	1	20	305	255
10	1	19	430	-460
10	1	18	243	189
10	1	17	470	473
10	1	16	292	-204
10	1	15	1007	988
10	1	14	454	-357
10	1	13	848	817
10	1	12	435	-417
10	1	6	563	-551
10	1	1	382	376
10	1	1	349	-98
10	0	0	1824	1832
10	2	0	321	-313
10	2	1	471	-464
10	2	2	824	-826
10	2	3	456	412
10	2	4	869	883
10	2	5	417	-332
10	2	7	416	386
10	2	8	728	739
10	2	9	596	-644
10	2	11	639	646
10	2	12	626	603
10	2	13	276	266
10	2	15	1051	991
10	2	16	801	744
10	2	19	267	246
10	2	21	394	-375
10	2	22	434	-415
10	2	23	231	184
10	2	24	240	255
10	2	28	415	419
10	2	29	464	-418
10	2	33	211	-79
10	2	34	582	-556
10	2	36	242	-217
10	2	38	445	-435
10	3	31	324	325
10	3	29	274	257
10	3	28	365	354
10	3	26	265	251
10	3	22	310	-319
10	3	20	262	-225
10	3	18	537	500
10	3	17	215	-196
10	3	15	327	-310
10	3	14	243	204
10	3	13	640	-625
10	3	12	502	-623
10	3	11	763	-768
10	3	10	538	520
10	3	8	299	282
10	3	7	391	382
10	3	4	501	-441
10	3	3	751	-755
10	3	2	550	-570
10	3	1	397	-386
10	4	0	1261	1312
10	4	2	690	712
10	4	4	590	576
10	4	7	270	279
10	4	8	505	483
10	4	11	317	312
10	4	12	259	220
10	4	13	764	-780
10	4	18	443	-451
10	4	19	409	398
10	4	20	234	-230
10	4	25	256	254
10	4	26	447	-443
10	4	28	631	-615
10	4	30	483	-445
10	4	35	222	231
10	5	35	241	-235
10	5	28	413	-420
10	5	25	222	-248
10	5	22	311	332
10	5	18	328	-320
10	5	17	216	-234
10	5	13	348	380
10	5	12	259	260
10	5	11	567	584
10	5	8	321	-295
10	5	7	362	-408
10	5	6	298	284
10	5	3	754	791
10	5	2	465	437
10	5	1	373	422
10	6	0	417	457
10	6	2	314	286
10	6	3	627	645

OBSERVED AND CALCULATED STRUCTURE FACTORS FOR HEXAMETHYL-TRITELLURATRISTANNINAN PNAM

H	K	L	FO	FC
10	6	5	290	-118
10	6	7	324	-73
10	6	8	422	443
10	6	10	230	230
10	6	11	493	520
10	6	16	328	359
10	6	17	275	-167
10	6	18	441	457
10	6	19	305	271
10	6	22	191	-199
10	6	23	222	158
10	6	30	229	-238
10	7	25	253	-258
10	7	24	295	-278
10	7	22	340	323
10	7	21	358	-374
10	7	19	363	372
10	7	18	299	242
10	7	16	198	-186
10	7	14	213	251
10	7	13	474	-511
10	7	11	253	278
10	7	9	307	-348
10	7	8	481	-469
10	7	6	436	361
10	7	5	692	-763
10	7	2	363	386
10	7	1	383	-398
10	7	0	504	-534
10	8	4	400	491
10	8	6	278	319
10	8	10	298	315
10	8	12	324	387
10	8	13	253	254
10	9	11	396	-446
10	9	10	324	336
10	9	5	342	392
11	8	16	390	411
11	8	15	300	280
11	8	13	322	335
11	8	11	296	239
11	8	10	712	-773
11	8	4	290	343
11	8	3	381	423
11	7	0	555	556
11	7	2	475	530
11	7	5	279	292
11	7	10	437	422
11	7	11	450	-475
11	7	13	572	-612
11	7	15	321	-361
11	7	16	494	-522
11	7	17	245	-225
11	7	19	385	-412
11	6	27	268	272
11	6	26	292	307
11	6	25	246	-264
11	6	22	284	-295
11	6	20	307	-363
11	6	19	320	330
11	6	15	633	-662
11	6	13	345	-384
11	6	10	514	584
11	6	8	428	462
11	6	7	268	-258
11	6	5	485	-532
11	6	4	567	-632
11	5	0	429	-441
11	5	2	415	-401
11	5	3	828	-899
11	5	4	300	-263
11	5	7	440	-460
11	5	8	287	280
11	5	9	295	-301
11	5	10	348	-304
11	5	11	398	-422
11	5	16	629	691
11	5	18	298	294
11	5	19	426	-445
11	5	21	219	-204
11	5	23	440	-456
11	5	24	202	197
11	5	25	287	-286
11	5	26	401	410
11	5	27	568	-583
11	4	30	422	-421
11	4	28	254	287
11	4	26	305	-301
11	4	24	222	218
11	4	23	189	130
11	4	22	205	-224
11	4	20	646	695
11	4	16	255	297
11	4	15	362	351
11	4	10	361	-373
11	4	6	354	351
11	4	5	293	305
11	4	3	559	583
11	4	0	779	-797
11	3	1	429	453
11	3	4	304	306
11	3	5	793	766
11	3	6	577	297
11	3	8	271	256
11	3	9	619	632
11	3	10	279	227
11	3	12	483	485
11	3	13	477	477
11	3	15	264	256
11	3	16	268	-176
11	3	17	667	689
11	3	18	401	-402
11	3	24	266	-209
11	3	25	666	676
11	2	23	274	-260
11	4	10	507	-530
11	4	6	705	-712
11	4	5	286	179
11	4	4	445	426
11	4	3	416	393
11	4	0	1051	1109
11	3	2	406	391
11	3	3	336	350
11	3	5	281	235
11	3	7	411	-384
11	3	11	673	-673
11	3	12	280	254
11	3	14	281	-215
11	3	15	872	-877
11	3	17	614	-626
11	3	18	363	-299
11	3	19	492	-471
11	3	25	200	-204
11	3	27	217	-228
11	3	28	394	-341
11	3	33	308	317
11	2	30	433	404
11	2	29	289	271
11	2	27	431	-419
11	2	25	489	472
11	2	22	377	361
11	2	20	293	-244
11	2	19	333	-326
11	2	18	409	-398
11	2	16	398	-396
11	2	14	590	581
11	2	13	509	-480
11	2	12	389	378
11	2	11	528	-511
11	2	8	524	-528
11	2	6	589	493
11	2	5	503	478
11	2	4	459	346
11	2	3	1148	-1142
11	2	1	396	280
11	2	0	1324	-1304
11	1	0	319	-304
11	1	3	484	-516
11	1	7	485	-450
11	1	8	422	-414
11	1	10	317	329
11	1	11	451	-455
11	1	12	256	-229
11	1	13	279	-246
11	1	14	456	437
11	1	15	401	-411
11	1	16	340	-362
11	1	18	321	335
11	1	19	347	-337
11	1	21	312	-373
11	1	22	216	185
11	1	23	590	-593
11	1	31	331	-332
11	1	32	193	-165
11	1	35	213	165
12	0	2	581	-510
12	0	3	1094	1121
12	0	6	624	-496
12	0	7	563	509
12	0	8	386	269
12	0	10	415	-320
12	0	11	824	861
12	0	12	451	375
12	0	13	283	-301
12	0	14	293	-256
12	0	15	536	318
12	0	17	409	-376
12	0	18	966	-972
12	0	19	527	450
12	0	20	437	-326
12	0	22	248	-108
12	0	23	311	288
12	0	24	494	457
12	0	26	253	-226
12	0	27	403	388
12	0	31	432	-285
12	0	32	934	877
12	1	33	363	-334
12	1	32	261	-256
12	1	31	323	-305
12	1	22	329	309
12	1	21	283	147
12	1	20	345	357
12	1	18	326	319
12	1	17	262	-171
12	1	16	251	270
12	1	13	474	481
12	1	11	518	542
12	1	10	519	-545
12	1	9	348	239
12	1	8	498	-496
12	1	7	308	-256
12	1	5	382	368
12	1	4	325	139
12	1	3	1130	1091
12	1	1	600	634
12	1	0	485	-463
12	2	0	769	-771
12	2	1	413	-380
12	2	2	492	-437
12	2	5	315	-270
12	2	6	724	-725
12	2	5	611	-605
12	2	8	640	-626
12	2	9	250	-186
12	2	10	270	-255
12	2	11	253	229
12	2	12	824	-832
12	2	13	270	-192
12	2	18	733	772
12	2	19	430	419
12	2	20	203	202
12	2	22	236	252
12	2	25	247	-247
12	2	26	508	484
12	2	28	319	294
12	2	30	225	200
12	2	31	316	319
12	3	30	384	392
12	3	29	393	377
12	3	28	250	-257
12	3	26	367	-332
12	3	23	332	-348
12	3	22	262	272
12	3	21	231	204
12	3	20	292	-321
12	3	19	311	283
12	3	18	320	-326
12	3	16	550	-584
12	3	15	395	-393
12	3	14	238	242
12	3	13	273	-287
12	3	10	388	383
12	3	8	286	-313
12	3	7	516	-526
12	3	6	630	612
12	3	5	391	-395
12	3	3	466	-444
12	3	2	516	520

OBSERVED AND CALCULATED STRUCTURE FACTORS FOR HEXAMETHYL-TRITELLURATRISTANNINAN PNAM

H	K	L	FO	FC
12	3	0	539	-585
12	4	0	340	346
12	4	2	356	-357
12	4	4	287	-114
12	4	5	443	437
12	4	6	725	-725
12	4	7	312	290
12	4	12	294	304
12	4	13	460	462
12	4	14	552	-565
12	4	15	254	262
12	4	16	315	-344
12	4	18	360	-379
12	4	19	245	-230
12	4	20	326	289
12	4	22	275	-239
12	4	23	279	286
12	4	28	390	423
12	5	25	246	248
12	5	21	333	-338
12	5	15	735	785
12	5	7	676	713
12	6	0	1069	-1123
12	6	1	395	-332
12	6	2	398	-447
12	6	7	321	366
12	6	8	329	-340
12	6	10	655	-689
12	6	16	221	267
12	6	22	257	261
12	7	12	267	-322
12	7	0	492	547
12	8	4	365	-425
12	7	0	413	432
13	7	3	716	737
13	7	4	319	275
13	7	8	455	508
13	6	12	680	740
13	6	11	326	-299
13	6	8	272	243
13	6	6	309	-330
13	6	4	812	875
13	6	3	668	-690
13	6	0	605	595
13	5	2	426	446
13	5	4	310	308
13	5	6	342	340
13	5	8	528	-552
13	5	9	440	430
13	5	14	344	358
13	5	15	338	-360
13	5	17	443	457
13	5	18	335	316
13	5	19	249	262
13	5	21	271	295
13	4	22	243	257
13	4	16	342	364
13	4	15	276	-302
13	4	14	327	323
13	4	10	361	-373
13	4	6	354	351
13	4	5	293	305
13	4	3	559	583
13	4	0	779	-797
13	3	1	429	453
13	3	4	304	306
13	3	5	793	766
13	3	6	577	297
13	3	8	271	256
13	3	9	619	632
13	3	10	279	227
13	3	12	483	485
13	3	13	477	477
13	3	15	264	256
13	3	16	268	-176
13	3	17	667	689
13	3	18	401	-402
13	3	24	266	-209
13	3	25	666	676
13	2	23	274	-260
13	2	22	304	-299
13	2	19	308	268
13	2	18	213	118
13	2	14	388	-437
13	2	11	331	331
13	2	10	400	396
13	2	9	237	-81
13	2	8	500	523
13	2	7	325	317
13	2	6	418	-249
13	2	5	432	-423
13	2	4	512	-504
13	2	0	689	748
13	1	0	571	596
13	1	2	278	290
13	1	5	279	183
13	1	8	276	255
13	1	11	319	314
13	1	12	228	-223
13	1	13	281	286
13	1	18	231	216
13	1	19	264	193
13	1	21	406	413
13	1	22	235	-176
13	1	23	221	203
13	1	29	313	297
14	0	7	398	403
14	0	8	468	460
14	0	9	640	-658
14	0	10	508	504
14	0	12	424	439
14	0	14	295	-213
14	0	15	927	937
14	0	17	269	-273
14	0	19	316	-292
14	0	21	584	-572
14	0	22	337	-315
14	0	24	356	-388
14	0	25	385	419
14	1	21	253	-229
14	1	20	249	-268
14	1	18	405	414
14	1	16	353	353
14	1	14	257	286
14	1	13	429	-467
14	1	12	247	-222
14	1	11	322	-342
14	1	7	715	771
14	1	6	422	381
14	1	4	499	-504
14	1	1	550	-529
14	1	0	1062	-1123
14	2	0	533	541
14	2	1	304	-291
14	2	2	361	372
14	2	3	288	-236
14	2	4	501	496
14	2	5	335	-337
14	2	10	284	-290
14	2	11	419	-433
14	2	12	233	198
14	2	13	671	-717
14	2	15	622	-621
14	2	17	379	-420
14	3	15	237	271
14	3	14	303	-302
14	3	13	229	271
14	3	2	452	466
14	3	1	445	-410
14	3	0	784	777
14	3	4	784	758
14	4	5	347	-346
14	4	6	439	469
14	4	7	287	-275
14	4	10	295	279
14	4	11	367	387
14	4	14	432	455
14	5	14	275	304
14	5	12	301	-320
14	5	8	266	-255
14	5	7	444	-490
14	5	1	392	421
14	5	0	472	-481
14	6	0	473	510
14	6	3	339	-360
14	6	8	332	362
15	4	3	294	-257
15	4	2	492	-561
15	4	0	301	-306
15	3	2	326	-336
15	3	4	610	-659
15	3	7	279	-297
15	3	9	338	-342
15	3	10	241	248
15	3	11	339	351
15	3	12	482	-498
15	2	14	228	223
15	2	13	293	305
15	2	10	239	-260
15	2	8	296	-338
15	2	4	558	590
15	2	3	291	272
15	2	1	330	-337
15	1	0	423	-460
15	1	6	248	-259
15	1	8	276	-293
15	1	9	288	304
15	1	10	477	-508
15	1	11	541	-568
15	1	12	241	260
15	1	15	477	-522
15	1	17	226	252
15	1	18	295	-332
16	0	0	401	-381
16	0	2	449	-473
16	0	3	388	425
16	0	7	441	-474
16	1	3	523	-541
16	1	2	503	-506
16	1	1	272	281

c) HEXAMETHYL-TRITELLURATRISTANNINAN (PNA2/1)

ATOM	x	y	z	U11	U22	U33	U23	U13	U12
SN11	0.1628(2)	0.2780(2)	0.25000	0.0166(1)	0.0133(9)	0.015(1)	-0.003(1)	-0.000(3)	0.001(1)
TE11	0.0170(2)	0.4741(2)	0.2523(2)	0.0126(1)	0.015(1)	0.030(1)	0.001(1)	0.003(2)	0.000(1)
SN12	0.1255(2)	0.6555(2)	0.2886(1)	0.0144(1)	0.012(1)	0.021(1)	-0.002(1)	-0.000(1)	0.002(1)
TE12	0.2541(2)	0.8090(2)	0.2517(2)	0.0196(1)	0.0116(9)	0.031(1)	-0.001(1)	0.001(3)	-0.001(1)
SN13	0.3237(2)	0.6007(2)	0.2137(1)	0.0144(1)	0.014(1)	0.025(1)	0.003(1)	-0.001(1)	-0.000(1)
TE13	0.3588(2)	0.3747(2)	0.2508(1)	0.0116(1)	0.0170(9)	0.021(1)	-0.001(1)	-0.004(3)	0.002(1)
SN21	0.2077(3)	0.6503(3)	0.6091(1)	0.0096(2)	0.014(1)	0.019(2)	0.001(1)	0.001(2)	-0.000(2)
TE21	0.1103(3)	0.7032(3)	0.5504(1)	0.0087(2)	0.018(1)	0.011(2)	-0.002(1)	-0.006(2)	0.005(1)
SN22	0.2015(3)	0.5055(3)	0.5143(1)	0.0086(2)	0.010(1)	0.014(2)	0.000(1)	-0.006(2)	0.001(1)
TE22	0.0879(3)	0.2778(3)	0.5233(1)	0.0126(2)	0.014(1)	0.012(2)	-0.001(1)	-0.003(2)	0.000(1)
SN23	0.0875(4)	0.2792(3)	0.5911(1)	0.0126(2)	0.012(1)	0.020(2)	0.000(1)	0.003(2)	0.001(2)
TE23	0.2586(4)	0.3867(3)	0.6192(1)	0.0166(2)	0.017(1)	0.036(3)	0.002(1)	-0.007(2)	0.004(2)
SN31	0.2873(3)	0.1502(3)	0.3912(1)	0.0126(2)	0.011(1)	0.016(2)	0.003(1)	-0.002(2)	0.002(2)
TE31	0.3845(4)	0.2028(3)	0.4492(1)	0.0196(2)	0.008(1)	0.025(2)	-0.000(1)	0.002(2)	-0.002(1)
SN32	0.2921(3)	0.0044(3)	0.4862(1)	0.0106(2)	0.014(1)	0.015(2)	0.001(1)	0.005(2)	0.000(1)
TE32	0.4051(3)	-0.2242(3)	0.4759(1)	0.0136(2)	0.014(2)	0.026(2)	0.003(1)	0.001(2)	0.005(1)
SN33	0.4052(4)	-0.2220(3)	0.4092(1)	0.0126(2)	0.009(1)	0.023(2)	-0.002(1)	-0.002(2)	-0.001(2)
TE33	0.2349(4)	-0.1133(3)	0.3815(1)	0.0146(2)	0.015(1)	0.029(2)	-0.004(1)	-0.011(2)	-0.002(2)

HEXAMETHYL-TRITELLURATRISTANNINAN (PNA2/1)

ATOM	x	y	z	U11	U22	U33	U23	U13	U12
C11	0.1540(44)	0.1538(47)	0.2071(13)	0.020(4)					
C12	0.1320(46)	0.1667(47)	0.2964(13)	0.020(4)					
C13	0.2181(50)	0.5422(47)	0.3285(13)	0.020(4)					
C14	0.0045(46)	0.7850(43)	0.3088(12)	0.020(4)					
C15	0.2092(51)	0.5481(46)	0.1804(12)	0.020(4)					
C16	0.4723(45)	0.6586(47)	0.1947(12)	0.020(4)					
C21	0.3482(40)	0.7527(41)	0.6135(10)	0.013(4)					
C22	0.1056(44)	0.7169(40)	0.6512(12)	0.013(4)					
C23	0.3609(51)	0.4673(46)	0.5760(14)	0.013(4)					
C24	0.1820(45)	0.5431(43)	0.4603(12)	0.013(4)					
C25	-0.0427(42)	0.3888(41)	0.6051(11)	0.013(4)					
C26	0.0793(42)	0.0675(41)	0.6022(12)	0.013(4)					
C31	0.1274(48)	0.2469(49)	0.3955(12)	0.020(5)					
C32	0.3777(52)	0.2206(46)	0.3555(13)	0.020(5)					
C33	0.1420(58)	-0.0333(53)	0.4716(16)	0.020(5)					
C34	0.3289(52)	0.0344(69)	0.5348(14)	0.020(5)					
C35	0.5329(48)	-0.0906(49)	0.3887(13)	0.020(5)					
C36	0.4031(49)	-0.4244(49)	0.3930(14)	0.020(5)					

OBSERVED AND CALCULATED STRUCTURE FACTORS FOR HEXAMETHYL-TRITELLURATRISTANNINAN PNA2/1 PAGE 1

H	K	L	FO	FC
0	0	-2	582	537
0	0	-4	1652	1677
0	0	-6	2243	2166
0	0	-8	2774	2662
0	0	-10	585	524
0	0	-12	194	128
0	0	-14	2460	2191
0	0	-16	395	385
0	0	-18	368	370
0	0	-20	1240	1080
0	0	-22	1963	1768
0	0	-24	833	686
0	0	-26	1910	1615
0	0	-28	270	256
0	0	-30	2380	1991
0	0	-32	196	159
0	0	-34	407	381
0	0	-36	665	543
0	0	-38	403	368
0	0	-40	171	170
0	0	-44	689	554
0	0	-46	219	192
0	0	-48	127	148
0	1	-47	120	122
0	1	-43	211	193
0	1	-41	886	721
0	1	-39	142	127
0	1	-35	913	785
0	1	-31	851	770
0	1	-29	882	845
0	1	-27	231	208
0	1	-23	466	489
0	1	-21	930	1004
0	1	-19	251	274
0	1	-17	422	492
0	1	-15	1582	1972
0	1	-13	552	651
0	1	-11	1270	1496
0	1	-9	460	512
0	1	-7	158	164
0	1	-5	211	238
0	1	-3	287	277
0	1	-1	433	409
0	2	0	1596	1684
0	2	-2	321	360
0	2	-4	397	360
0	2	-6	1424	1408
0	2	-8	565	584
0	2	-10	423	447
0	2	-12	133	151
0	2	-14	745	870
0	2	-16	497	641
0	2	-18	427	522
0	2	-20	599	698
0	2	-22	177	210
0	2	-26	467	527
0	2	-28	225	234
0	2	-30	267	254
0	2	-32	321	344
0	2	-34	387	405
0	2	-36	698	666
0	2	-38	426	403
0	2	-40	566	536
0	2	-42	472	458
0	2	-44	711	636
0	2	-46	291	268
0	3	-47	178	187
0	3	-43	483	439
0	3	-37	215	229
0	3	-35	228	238
0	3	-33	178	176
0	3	-29	625	639
0	3	-27	459	497
0	3	-23	204	234
0	3	-19	716	761
0	3	-17	766	803
0	3	-15	1010	1038
0	3	-13	1859	1929
0	3	-11	292	282
0	3	-9	242	230
0	3	-7	331	323
0	3	-5	741	653
0	3	-3	243	199
0	3	-1	406	314
0	4	0	523	532
0	4	-2	1598	1580
0	4	-4	1773	1664
0	4	-6	698	670
0	4	-8	207	184
0	4	-10	659	641
0	4	-12	1652	1561
0	4	-14	117	97
0	4	-16	470	457
0	4	-18	1453	1457
0	4	-20	142	138
0	4	-22	527	566
0	4	-24	443	452
0	4	-26	918	947
0	4	-28	1026	1016
0	4	-30	143	159
0	4	-34	305	300
0	4	-36	118	113
0	4	-38	336	324
0	4	-40	275	244
0	4	-42	112	136
0	4	-44	206	181
0	5	-43	263	240
0	5	-39	173	175
0	5	-35	273	261
0	5	-33	421	412
0	5	-31	217	209
0	5	-29	433	450
0	5	-27	191	196
0	5	-25	646	639
0	5	-23	382	368
0	5	-21	197	206
0	5	-19	193	201
0	5	-17	449	438
0	5	-15	315	304
0	5	-13	976	922
0	5	-11	711	666
0	5	-9	366	353
0	5	-7	282	268
0	5	-5	256	240
0	5	-3	1327	1212
0	6	0	425	426
0	6	-2	163	162
0	6	-4	671	663
0	6	-6	428	420
0	6	-8	544	530
0	6	-10	312	298
0	6	-12	235	245
0	6	-16	457	465
0	6	-18	483	468
0	6	-20	645	621
0	6	-22	437	408
0	6	-24	234	226
0	6	-28	301	288
0	6	-30	300	325
0	6	-32	685	649
0	6	-34	618	576
0	6	-36	216	225
0	6	-40	278	277
0	6	-42	529	469
0	7	-37	127	132
0	7	-35	175	193
0	7	-33	452	409
0	7	-31	315	288
0	7	-27	417	398
0	7	-23	221	219
0	7	-21	251	251
0	7	-19	668	632
0	7	-17	377	360
0	7	-15	149	107
0	7	-13	223	220
0	7	-11	943	898
0	7	-9	252	266
0	7	-7	309	290
0	7	-5	305	293
0	7	-3	1032	980
0	7	-1	385	387
0	8	0	680	776
0	8	-2	158	162
0	8	-6	166	176
0	8	-8	995	966
0	8	-10	748	718
0	8	-12	121	115
0	8	-14	148	122
0	8	-16	121	87
0	8	-20	449	436
0	8	-22	677	656
0	8	-30	335	316
0	8	-36	136	137
0	9	-33	375	351
0	9	-29	434	415
0	9	-27	476	453
0	9	-25	134	149
0	9	-23	438	431
0	9	-21	641	628
0	9	-19	229	262
0	9	-17	538	511
0	9	-15	247	249
0	9	-13	918	866
0	9	-9	368	336
0	9	-7	1028	999
0	9	-5	190	196
0	9	-3	495	463
0	9	-1	559	534
0	10	0	653	689
0	10	-2	387	397
0	10	-4	567	594
0	10	-6	271	260
0	10	-8	276	280
0	10	-10	437	447
0	10	-16	390	385
0	10	-18	236	258
0	10	-20	251	252
0	10	-22	266	266
0	10	-26	297	277
0	10	-24	370	390
0	10	-28	651	577
0	11	-21	236	256
0	11	-19	394	400
0	11	-17	189	200
0	11	-13	230	230
0	11	-11	699	679
0	11	-9	261	256
0	11	-7	570	580
0	11	-5	606	612
0	11	-3	495	501
0	12	0	380	448
0	12	-6	477	487
1	12	-8	320	336
1	12	-7	140	116
1	12	-6	241	230
1	12	-5	355	358
1	12	-4	458	468
1	12	-2	252	252
1	12	-1	233	256
1	11	0	423	470
1	11	-3	450	489
1	11	-5	275	307
1	11	-6	179	172
1	11	-9	486	480
1	11	-10	199	191
1	11	-11	405	413
1	11	-13	217	212
1	11	-14	156	134
1	11	-15	252	240
1	11	-16	361	363
1	11	-17	574	575
1	11	-18	304	282
1	11	-21	370	348
1	10	-26	144	151
1	10	-24	185	184
1	10	-23	133	142
1	10	-22	322	310
1	10	-21	265	245
1	10	-18	277	269
1	10	-15	460	439

OBSERVED AND CALCULATED STRUCTURE FACTORS FOR HEXAMETHYL-TRITELLURATRISTANNINAN PNA2/1 PAGE 2

H	K	L	FO	FC	H	K	L	FO	FC	H	K	L	FO	FC	H	K	L	FO	FC
1	10	-14	382	355	1	8	-17	377	375	1	7	-40	431	368	1	5	-15	906	856	1	4	0	110	97
1	10	-13	382	373	1	8	-15	372	368	1	6	-41	431	593	1	5	-16	191	157	1	3	0	753	700
1	10	-11	340	320	1	8	-14	648	637	1	6	-38	164	141	1	5	-17	322	303	1	3	-1	688	605
1	10	-10	120	121	1	8	-13	1068	1069	1	6	-35	380	359	1	5	-18	415	405	1	3	-2	963	842
1	10	-9	164	155	1	8	-12	205	185	1	6	-32	241	220	1	5	-19	404	369	1	3	-3	1509	1404
1	10	-8	368	351	1	8	-11	214	229	1	6	-29	696	617	1	5	-20	514	477	1	3	-4	576	500
1	10	-6	353	352	1	8	-10	628	640	1	6	-28	480	469	1	5	-21	691	669	1	3	-5	333	304
1	10	-4	115	92	1	8	-9	199	159	1	6	-26	576	496	1	5	-23	776	791	1	3	-6	336	321
1	10	-1	486	485	1	8	-8	861	852	1	6	-25	470	491	1	5	-25	858	874	1	3	-7	1026	965
1	10	0	612	611	1	8	-7	345	318	1	6	-24	194	199	1	5	-26	957	843	1	3	-8	686	643
1	9	0	629	638	1	8	-6	441	414	1	6	-23	200	132	1	5	-10	706	704	1	3	-9	192	165
1	9	-2	723	673	1	8	-5	158	138	1	6	-22	431	345	1	5	-55	428	398	1	3	-10	319	305
1	9	-3	865	835	1	8	-4	357	375	1	6	-21	627	624	1	5	-57	282	238	1	3	-11	159	157
1	9	-4	184	156	1	8	-3	466	446	1	6	-20	168	158	1	5	-40	264	242	1	3	-12	679	662
1	9	-5	188	175	1	8	-2	196	193	1	6	-19	349	305	1	5	-42	176	170	1	3	-15	1522	1514
1	9	-7	546	529	1	8	0	1000	1067	1	6	-18	648	632	1	5	-44	304	284	1	3	-16	752	787
1	9	-8	120	80	1	7	0	747	757	1	6	-17	155	138	1	5	-44	172	168	1	3	-17	936	954
1	9	-9	247	242	1	7	-2	598	586	1	6	-16	759	712	1	5	-41	277	256	1	3	-18	462	451
1	9	-11	782	722	1	7	-3	296	194	1	6	-15	1162	1102	1	5	-38	405	384	1	3	-19	300	287
1	9	-12	330	317	1	7	-4	190	205	1	6	-13	517	472	1	5	-35	290	259	1	3	-20	263	263
1	9	-14	294	275	1	7	-5	587	574	1	6	-12	669	599	1	5	-32	615	558	1	3	-21	172	136
1	9	-15	510	491	1	7	-6	367	353	1	6	-11	968	911	1	5	-31	262	233	1	3	-22	375	423
1	9	-16	307	280	1	7	-7	477	469	1	6	-10	521	482	1	5	-29	299	297	1	3	-23	316	277
1	9	-17	272	245	1	7	-8	192	175	1	6	-9	591	545	1	5	-27	559	471	1	3	-24	193	251
1	9	-18	454	440	1	7	-9	212	201	1	6	-8	228	209	1	5	-26	587	582	1	3	-25	622	665
1	9	-19	600	553	1	7	-10	369	377	1	6	-7	219	184	1	5	-24	343	293	1	3	-28	306	323
1	9	-21	262	251	1	7	-11	692	689	1	6	-6	414	378	1	5	-23	392	366	1	3	-33	500	543
1	9	-23	364	351	1	7	-12	236	200	1	6	-5	581	532	1	5	-22	280	265	1	3	-38	411	414
1	9	-24	205	191	1	7	-13	355	345	1	6	-4	448	409	1	5	-21	216	182	1	3	-42	352	346
1	9	-25	260	228	1	7	-14	412	423	1	6	-3	781	724	1	5	-20	286	288	1	3	-45	206	236
1	9	-26	349	313	1	7	-15	137	126	1	6	-2	423	392	1	4	-18	1199	1168	1	3	-47	402	379
1	9	-27	655	588	1	7	-16	238	241	1	6	-1	333	324	1	4	-17	392	362	1	2	-46	414	371
1	9	-28	567	490	1	7	-17	175	186	1	6	0	243	248	1	4	-16	242	247	1	2	-44	293	268
1	9	-29	362	294	1	7	-18	473	481	1	5	0	1733	1888	1	4	-15	1077	1005	1	2	-40	459	416
1	9	-31	258	227	1	7	-19	760	813	1	5	-1	466	445	1	4	-14	146	148	1	2	-38	816	761
1	9	-33	364	327	1	7	-20	173	166	1	5	-2	489	426	1	4	-13	811	743	1	2	-35	244	239
1	8	-37	232	177	1	7	-21	560	583	1	5	-3	185	173	1	4	-12	1174	1119	1	2	-32	741	754
1	8	-36	183	164	1	7	-22	262	232	1	5	-4	875	784	1	4	-11	573	536	1	2	-28	419	418
1	8	-34	179	162	1	7	-25	449	403	1	5	-5	1475	1372	1	4	-10	269	254	1	2	-27	195	272
1	8	-31	245	232	1	7	-26	415	367	1	5	-6	593	593	1	4	-9	159	119	1	2	-24	574	617
1	8	-29	388	404	1	7	-27	237	189	1	5	-7	905	808	1	4	-8	552	511	1	2	-23	277	313
1	8	-26	127	92	1	7	-28	548	493	1	5	-8	312	281	1	4	-7	421	359	1	2	-22	374	385
1	8	-25	188	209	1	7	-29	616	532	1	5	-9	478	433	1	4	-6	329	329	1	2	-21	293	301
1	8	-22	617	653	1	7	-31	642	564	1	5	-10	374	343	1	4	-5	191	157	1	2	-20	389	380
1	8	-21	162	121	1	7	-33	217	206	1	5	-11	122	110	1	4	-4	1046	952	1	2	-19	346	359
1	8	-20	220	251	1	7	-34	226	185	1	5	-12	252	233	1	4	-3	230	218	1	2	-18	1160	1202
1	8	-19	201	181	1	7	-36	288	277	1	5	-13	712	677	1	4	-2	550	494	1	2	-17	368	410
1	8	-18	293	315	1	7	-39	208	185	1	5	-14	500	474	1	4	-1	358	329	1	2	-16	1092	1116

OBSERVED AND CALCULATED STRUCTURE FACTORS FOR HEXAMETHYL-TRITELLURATRISTANNINAN PNA2/1 PAGE 3

H	K	L	FO	FC	H	K	L	FO	FC	H	K	L	FO	FC	H	K	L	FO	FC
2	1	-15	649	675	2	0	-4	603	517	2	1	-4	453	480	2	3	-16	297	300	2	5	-4	333	321
2	1	-14	750	759	2	0	-5	1801	1673	2	1	-3	692	704	2	3	-14	963	956	2	5	-4	167	178
2	1	-13	440	454	2	0	-8	1898	1844	2	1	-2	321	313	2	3	-12	1003	982	2	5	-39	246	256
2	1	-12	984	969	2	0	-13	837	1023	2	1	0	272	249	2	3	-11	521	527	2	5	-35	257	270
2	1	-11	227	231	2	0	-16	811	495	2	2	0	533	525	2	3	-10	514	495	2	5	-31	394	385
2	1	-10	965	932	2	0	-18	920	952	2	2	-1	238	237	2	3	-9	289	293	2	5	-30	361	362
2	1	-9	305	296	2	0	-23	1088	973	2	2	-2	1484	1555	2	3	-8	1095	1072	2	5	-29	326	327
2	1	-8	1342	1240	2	0	-25	497	518	2	2	-3	1555	1605	2	3	-7	316	304	2	5	-28	292	301
2	1	-7	403	393	2	0	-28	402	440	2	2	-5	686	678	2	3	-6	541	549	2	5	-27	364	358
2	1	-6	429	375	2	0	-30	664	702	2	2	-6	1221	1228	2	3	-5	159	131	2	5	-26	507	568
2	1	-5	369	377	2	0	-33	526	513	2	2	-7	518	579	2	3	-4	323	310	2	5	-25	272	303
2	1	-4	217	182	2	0	-35	610	554	2	2	-8	449	436	2	3	-3	270	267	2	5	-22	604	645
2	1	-3	377	371	2	0	-38	369	367	2	2	-10	946	998	2	3	-2	273	269	2	5	-21	344	369
2	1	-2	267	258	2	0	-40	588	362	2	2	-11	123	154	2	3	-1	696	652	2	5	-20	272	277
2	1	-1	119	88	2	0	-42	367	341	2	2	-12	356	365	2	3	0	1162	1112	2	5	-18	430	431
2	1	0	816	850	2	0	-44	238	177	2	2	-13	260	287	2	4	0	1167	1108	2	5	-17	352	365
2	1	-1	153	174	2	0	-47	546	429	2	2	-14	681	725	2	4	-1	267	251	2	5	-16	309	312
2	1	-2	287	289	2	0	-49	189	159	2	2	-16	726	783	2	4	-2	436	395	2	5	-15	473	470
2	1	-3	1469	1561	2	1	-49	238	239	2	2	-17	579	603	2	4	-3	1296	1197	2	5	-14	605	584
2	1	-4	412	460	2	1	-46	201	262	2	2	-19	531	573	2	4	-4	1153	1050	2	5	-12	275	256
2	1	-5	211	232	2	1	-44	339	323	2	2	-20	768	806	2	4	-5	405	357	2	5	-10	468	449
2	1	-6	327	347	2	1	-43	234	270	2	2	-21	517	530	2	4	-6	1116	1021	2	5	-9	169	151
2	1	-7	281	285	2	1	-38	340	367	2	2	-22	453	469	2	4	-7	1264	1161	2	5	-8	709	678
2	1	-8	393	422	2	1	-34	281	327	2	2	-23	425	433	2	4	-8	617	557	2	5	-7	365	319
2	1	-9	679	716	2	1	-32	674	719	2	2	-24	520	525	2	4	-9	429	373	2	5	-6	329	332
2	1	-10	239	238	2	1	-30	304	325	2	2	-28	932	1013	2	4	-10	340	291	2	5	-5	147	100
2	1	-11	1212	1246	2	1	-28	332	349	2	2	-31	566	600	2	4	-11	1034	937	2	5	-4	297	272
2	1	-12	268	289	2	1	-26	473	489	2	2	-33	686	690	2	4	-12	756	695	2	5	-3	134	78
2	1	-13	729	769	2	1	-25	389	445	2	2	-36	513	518	2	4	-14	903	832	2	5	-2	260	236
2	1	-14	516	512	2	1	-24	225	264	2	2	-40	290	231	2	4	-15	1355	1261	2	5	-1	189	168
2	1	-15	219	235	2	1	-23	389	444	2	2	-42	227	248	2	4	-16	192	160	2	5	0	1554	1376
2	1	-17	428	447	2	1	-22	290	334	2	2	-45	328	317	2	4	-17	228	273	2	6	0	662	609
2	1	-19	933	1044	2	1	-21	203	179	2	2	-47	520	519	2	4	-18	305	357	2	6	-1	255	265
2	1	-20	268	296	2	1	-20	744	855	2	3	-44	493	479	2	4	-19	442	471	2	6	-2	794	732
2	1	-21	627	665	2	1	-19	201	268	2	3	-43	239	231	2	4	-20	187	174	2	6	-3	262	252
2	1	-23	369	402	2	1	-18	1241	1450	2	3	-38	389	383	2	4	-21	397	492	2	6	-4	213	187
2	1	-25	140	172	2	1	-17	163	252	2	3	-36	322	293	2	4	-22	515	565	2	6	-5	214	182
2	1	-27	752	787	2	1	-16	779	941	2	3	-34	186	209	2	4	-23	710	778	2	6	-6	262	224
2	1	-30	265	301	2	1	-15	416	510	2	3	-31	586	630	2	4	-24	474	538	2	6	-7	268	208
2	1	-33	316	326	2	1	-14	175	180	2	3	-26	559	575	2	4	-25	515	580	2	6	-8	492	417
2	1	-39	135	127	2	1	-13	706	812	2	3	-25	209	234	2	4	-26	259	285	2	6	-9	461	423
2	1	-41	127	125	2	1	-12	868	1049	2	3	-23	653	551	2	4	-27	490	534	2	6	-10	576	542
2	1	-43	154	145	2	1	-11	463	511	2	3	-22	729	759	2	4	-29	614	657	2	6	-11	282	247
2	1	-49	226	193	2	1	-10	855	967	2	3	-21	319	322	2	4	-31	253	216	2	6	-12	387	369
2	0	0	2355	2105	2	1	-9	495	417	2	3	-20	320	318	2	4	-32	258	298	2	6	-13	283	280
2	0	-1	1037	912	2	1	-8	622	689	2	3	-19	276	196	2	4	-33	527	580	2	6	-14	250	253
2	0	-2	253	170	2	1	-6	409	410	2	3	-18	1245	1278	2	4	-41	354	415	2	6	-15	754	745
2	0	-3	2589	2339	2	1	-5	139	109	2	3	-17	246	257	2	4	-44	287	295	2	6	-16	233	251

OBSERVED AND CALCULATED STRUCTURE FACTORS FOR HEXAMETHYL-TRITELLURATRISTANNINAN PNA2/1 PAGE 4

H	K	L	FO	FC	H	K	L	FO	FC	H	K	L	FO	FC	H	K	L	FO	FC	H	K	L	FO	FC
2	6-17	249	254		2	8 -1	332	292		2 10-11	126	141			3 10-16	407	427			5	8-20	341	380
2	6-19	299	307		2	8 -4	299	284		2 10-12	131	121			3 10-14	204	217			5	8-19	335	358
2	6-20	147	151		2	8 -6	330	300		2 10-13	331	324			3 10-13	190	205			5	8-18	799	879
2	6-21	430	469		2	8 -7	197	161		2 10-14	219	224			3 10-12	527	546			5	8-17	153	146
2	6-22	224	214		2	8 -8	395	361		2 10-15	288	285			3 10-11	192	182			5	8-16	862	922
2	6-23	311	317		2	8 -9	225	215		2 10-16	283	271			3 10 -8	154	147			5	8-15	231	234
2	6-24	569	561		2	8-10	573	536		2 10-17	134	132			3 10 -7	159	148			5	8-14	362	381
2	6-26	151	171		2	8-11	228	201		2 10-18	243	250			3 10 -6	204	199			5	8-13	348	370
2	6-27	397	409		2	8-12	439	406		2 10-20	192	190			3 10 -4	539	526			5	8-12	409	390
2	6-29	317	319		2	8-13	616	576		2 10-22	183	180			3 10 -2	187	180			5	8-11	406	407
2	6-31	349	366		2	8-15	455	446		2 10-23	245	243			3 10 0	668	653			5	8-10	623	641
2	6-32	470	457		2	8-17	486	465		2 10-24	308	298			3 9 -1	215	208			5	8 -9	233	220
2	6-34	246	260		2	8-18	509	499		2 10-25	626	615			3 9 -2	481	491			5	8 -8	295	296
2	6-37	146	159		2	8-20	257	271		2 10-26	279	230			3 9 -3	405	373			5	8 -6	176	161
2	6-40	229	226		2	8-22	191	181		2 11-20	224	215			3 9 -4	415	373			5	8 -5	580	567
2	6-41	243	234		2	8-23	171	161		2 11-18	170	162			3 9 -5	524	489			5	8 -4	645	634
2	6-42	332	294		2	8-26	182	171		2 11-17	145	125			3 9 -6	264	267			5	8 -3	732	731
2	7-38	296	266		2	8-27	227	211		2 11-16	371	370			3 9 -7	212	198			5	8 -2	151	117
2	7-37	155	129		2	8-28	290	280		2 11-15	599	597			3 9 -9	327	323			5	8 -1	597	589
2	7-35	344	317		2	8-30	289	293		2 11-14	159	144			3 9-10	260	237			5	7 -1	788	778
2	7-33	267	246		2	8-31	123	54		2 11-11	175	166			3 9-12	404	411			5	7 -2	401	403
2	7-31	168	162		2	8-32	298	295		2 11-10	513	497			3 9-13	297	293			5	7 -3	1188	1175
2	7-30	202	189		2	8-33	248	205		2 11 -9	203	181			3 9-15	457	486			5	7 -4	354	358
2	7-27	495	458		2	8-36	205	202		2 11 -8	174	165			3 9-16	163	166			5	7 -5	709	681
2	7-26	326	297		2	9-29	233	190		2 11 -7	596	554			3 9-17	402	431			5	7 -6	608	592
2	7-25	341	323		2	9-28	386	389		2 11 -3	133	119			3 9-18	309	331			5	7 -7	179	191
2	7-22	140	101		2	9-22	401	397		2 11 -2	311	304			3 9-19	552	577			5	7 -9	243	239
2	7-21	147	140		2	9-21	288	296		2 11 -1	466	481			3 9-21	131	149			5	7-10	1059	1099
2	7-19	858	836		2	9-20	146	126		2 12 0	208	194			3 9-22	148	135			5	7-11	927	959
2	7-18	213	199		2	9-18	148	152		2 12 -2	215	218			3 9-23	243	226			5	7-12	369	380
2	7-17	379	370		2	9-16	165	158		2 12 -5	335	328			3 9-24	130	138			5	7-13	588	615
2	7-16	534	510		2	9-12	162	151		3 11 -2	200	227			3 9-26	180	191			5	7-14	463	491
2	7-15	155	114		2	9-11	223	217		3 11 -3	269	260			3 9-27	362	416			5	7-15	331	361
2	7-14	180	150		2	9-10	481	459		3 11 -4	212	218			3 9-28	396	422			5	7-16	404	444
2	7-13	650	599		2	9 -8	413	392		3 11 -5	334	321			3 9-29	369	366			5	7-17	175	172
2	7-12	443	417		2	9 -7	165	151		3 11 -6	244	237			3 9-30	172	126			5	7-18	520	583
2	7-11	1046	984		2	9 -5	119	112		3 11 -7	166	155			3 9-31	235	263			5	7-19	182	202
2	7-10	292	260		2	9 -3	170	139		3 11 -8	121	118			3 8-34	262	292			5	7-20	397	456
2	7 -9	369	334		2	9 -2	403	391		3 11 -9	216	224			3 8-32	382	412			5	7-21	372	419
2	7 -8	366	310		2	9 -1	221	217		3 11-11	194	185			3 8-31	324	374			5	7-22	163	171
2	7 -7	156	145		2	9 0	164	146		3 11-12	209	219			3 8-29	310	336			5	7-23	316	362
2	7 -5	825	730		2	10 0	246	272		3 11-13	585	618			3 8-28	258	269			5	7-24	401	483
2	7 -4	225	214		2	10 -1	259	293		3 11-15	472	506			3 8-27	293	276			5	7-25	328	358
2	7 -3	746	654		2	10 -4	478	476		3 11-16	163	150			3 8-26	509	532			5	7-31	322	404
2	7 -2	412	375		2	10 -5	562	530		3 11-17	344	368			3 8-25	589	656			5	7-33	396	474
2	7 0	797	737		2	10 -6	184	174		3 10-26	535	593			3 8-23	372	428			5	6-41	161	218
2	8 0	615	548		2	10 -7	544	518		3 10-19	193	222			3 8-22	155	176			5	6-38	236	301
2	8 -2	569	514		2	10 -8	377	345		3 10-18	644	689			3 8-21	168	175			5	6-22	200	252

OBSERVED AND CALCULATED STRUCTURE FACTORS FOR HEXAMETHYL-TRITELLURATRISTANNINAN PNA2/1 PAGE 5

H	K	L	FO	FC	H	K	L	FO	FC	H	K	L	FO	FC	H	K	L	FO	FC	H	K	L	FO	FC
3	6-21	308	265		3	5-43	259	269		3 3-13	228	249			3	2-12	715	850		3	1-47	206	268
II	6-20	842	1045		3	4-46	283	313		3 3-14	526	601			3	2-11	621	738		4	0 0	1019	822
3	6-19	342	413		3	4-44	159	180		3 3-15	871	1047			3	2-10	416	484		4	0 -2	933	729
3	6-18	520	608		3	4-43	151	155		3 3-16	155	181			3	2 -9	376	435		4	0 -3	1120	859
3	6-17	289	305		3	4-41	280	304		3 3-17	226	258			3	2 -8	212	236		4	0 -4	1490	1218
3	6-16	628	654		3	4-40	179	213		3 3-18	214	253			3	2 -7	465	531		4	0 -5	503	429
3	6-15	272	276		3	4-37	115	142		3 3-19	185	223			3	2 -6	238	272		4	0 -6	556	290
3	6-11	642	602		3	4-35	381	407		3 3-20	510	620			3	2 -5	478	544		4	0 -7	611	491
3	6-10	1164	1055		3	4-34	367	362		3 3-21	279	282			3	2 -4	243	270		4	0 -8	1971	1687
3	6 -9	423	381		3	4-32	131	152		3 3-22	288	210			3	2 -3	871	950		4	0-10	671	531
3	6 -8	527	468		3	4-30	310	361		3 3-23	946	1123			3	2 -2	250	305		4	0-11	670	557
3	6 -7	391	344		3	4-29	238	252		3 3-25	514	601			3	2 -1	145	159		4	0-14	700	590
3	6 -6	376	311		3	4-28	223	265		3 3-27	429	493			3	2 0	338	321		4	0-16	1570	1326
3	6 -5	604	515		3	4-26	224	259		3 3-28	414	438			3	1 0	240	198		4	0-19	778	896
3	6 -4	466	408		3	4-25	153	63		3 3-29	549	607			3	1 -1	957	900		4	0-21	792	966
3	6 0	563	529		3	4-24	488	584		3 3-31	196	224			3	1 -2	1325	1267		4	0-23	1135	982
3	5 0	1521	1419		3	4-23	160	76		3 3-32	174	212			3	1 -3	211	154		4	0-29	1111	909
3	5 -1	522	449		3	4-22	176	192		3 3-33	223	238			3	1 -4	364	359		4	0-31	890	755
3	5 -2	252	217		3	4-21	302	366		3 3-36	407	492			3	1 -5	266	220		4	0-33	346	317
3	5 -3	1664	1529		3	4-20	667	751		3 3-38	354	396			3	1 -6	956	927		4	0-38	724	549
3	5 -4	744	695		3	4-19	311	335		3 3-44	194	226			3	1 -7	1183	1120		4	0-40	614	370
3	5 -5	167	123		3	4-18	224	254		3 2-46	323	370			3	1 -8	392	353		4	0-42	555	437
3	5 -6	232	249		3	4-16	603	731		3 2-42	266	307			3	1 -9	652	680		4	0-45	603	517
3	5 -8	381	359		3	4-15	834	990		3 2-39	225	255			3	1-10	669	683		4	0-47	270	245
3	5 -9	134	83		3	4-14	280	285		3 2-37	172	188			3	1-11	762	772		4	1-47	268	276
3	5-10	240	197		3	4-13	296	334		3 2-36	222	255			3	1-12	226	222		4	1-45	257	357
3	5-11	560	553		3	4-12	141	161		3 2-35	250	312			3	1-13	503	527		4	1-44	280	285
3	5-12	175	163		3	4-11	514	630		3 2-34	226	228			3	1-14	246	218		4	1-41	402	434
3	5-13	209	206		3	4-10	985	1206		3 2-33	330	382			3	1-15	472	483		4	1-39	389	436
3	5-15	387	407		3	4 -9	413	501		3 2-32	275	275			3	1-16	371	343		4	1-37	241	220
3	5-16	158	151		3	4 -8	408	524		3 2-30	339	386			3	1-17	525	488		4	1-35	325	327
3	5-17	554	621		3	4 -7	239	306		3 2-29	230	290			3	1-18	575	568		4	1-34	261	317
3	5-18	196	191		3	4 -5	180	235		3 2-28	225	270			3	1-19	596	608		4	1-33	211	212
3	5-20	304	324		3	4 -2	610	644		3 2-27	159	196			3	1-20	450	344		4	1-31	225	226
3	5-21	376	424		3	4 -1	160	159		3 2-26	204	193			3	1-21	724	808		4	1-29	616	578
II	5-22	275	283		3	3 0	526	524		3 2-25	380	371			3	1-22	449	384		4	1-27	503	458
3	5-24	215	209		3	3 -1	575	586		3 2-24	542	646			3	1-23	399	389		4	1-25	620	541
3	5-26	499	548		3	3 -2	431	451		3 2-23	315	329			3	1-24	559	634		4	1-24	556	539
3	5-27	415	381		3	3 -3	642	672		3 2-22	166	156			3	1-26	134	156		4	1-23	298	277
3	5-28	194	91		3	3 -4	394	391		3 2-21	289	327			3	1-28	415	418		4	1-21	607	570
3	5-29	501	526		3	3 -5	701	760		3 2-20	203	184			3	1-29	529	611		4	1-20	499	407
II	5-30	668	721		3	3 -6	866	945		3 2-19	542	646			3	1-31	257	171		4	1-19	401	326
3	5-31	695	672		3	3 -7	1294	1438		3 2-18	418	485			3	1-32	543	620		4	1-18	386	291
3	5-33	592	649		3	3 -8	272	278		3 2-17	618	770			3	1-36	238	294		4	1-17	581	456
3	5-34	624	527		3	3 -9	203	204		3 2-16	606	737			3	1-37	205	229		4	1-15	2039	1949
II	5-38	131	148		3	3-10	320	384		3 2-15	226	227			3	1-42	156	177		4	1-13	614	556
3	5-39	184	195		3	3-11	143	150		3 2-14	207	242			3	1-43	139	210		4	1-11	1377	1306
3	5-41	145	165		3	3-12	281	313		3 2-13	258	302			3	1-46	133	155		4	1-10	1127	1071

OBSERVED AND CALCULATED STRUCTURE FACTORS FOR HEXAMETHYL-TRITELLURATRISTANNINAN PNA2/1 PAGE 6

H	K	L	FO	FC	H	K	L	FO	FC	H	K	L	FO	FC	H	K	L	FO	FC	H	K	L	FO	FC
4	1	-9	1154	1074	4	3	-18	166	211	4	4	-16	195	216	4	5	-4	427	441	4	7	-11	284	321
4	1	-8	581	549	4	3	-15	400	413	4	4	-17	548	614	4	5	-3	186	211	4	7	-10	211	223
4	1	-7	413	387	4	3	-14	324	358	4	4	-18	378	423	4	5	-2	447	445	4	7	-9	290	308
4	1	-6	218	206	4	3	-32	273	258	4	4	-19	563	654	4	5	-1	183	166	4	7	-8	199	202
4	1	-5	550	514	4	3	-31	335	164	4	4	-20	362	410	4	6	0	591	596	4	7	-7	700	745
4	1	-4	801	745	4	3	-30	262	171	4	4	-21	181	186	4	6	-1	393	360	4	7	-6	149	125
4	1	-3	533	471	4	3	-29	478	515	4	4	-23	337	386	4	6	-2	212	194	4	7	-5	327	336
4	1	-2	1140	1034	4	3	-28	384	386	4	4	-24	314	342	4	6	-3	646	642	4	7	-4	239	246
4	1	-1	720	579	4	3	-26	325	347	4	4	-25	210	164	4	6	-4	488	467	4	7	-3	148	149
4	1	0	1153	1039	4	3	-25	267	285	4	4	-26	504	533	4	6	-5	304	295	4	7	-2	358	363
4	2	0	1861	1835	4	3	-24	220	226	4	4	-27	666	710	4	6	-6	341	331	4	7	-1	409	396
4	2	-1	726	687	4	3	-23	288	311	4	4	-28	584	531	4	6	-7	376	376	4	8	-2	575	676
4	2	-2	827	822	4	3	-22	325	351	4	4	-30	153	141	4	6	-8	612	641	4	8	-4	550	499
4	2	-3	295	282	4	3	-21	448	519	4	4	-31	400	446	4	6	-9	504	532	4	8	-5	294	274
4	2	-4	551	601	4	3	-20	495	552	4	4	-33	206	215	4	6	-11	539	552	4	8	-6	287	261
4	2	-5	1121	1159	4	3	-19	347	377	4	4	-34	471	534	4	6	-12	741	772	4	8	-7	212	185
4	2	-6	288	299	4	3	-18	313	363	4	4	-36	267	269	4	6	-13	1074	1109	4	8	-9	242	231
4	2	-7	259	272	4	3	-17	325	350	4	4	-39	124	130	4	6	-14	543	600	4	8	-10	292	282
4	2	-8	158	143	4	3	-16	939	1109	4	4	-42	310	359	4	6	-16	160	159	4	8	-11	204	196
4	2	-9	646	597	4	3	-15	386	457	4	4	-44	200	233	4	6	-17	439	448	4	8	-12	675	689
4	2	-10	216	231	4	3	-14	515	583	4	5	-42	242	269	4	6	-18	524	540	4	8	-13	194	195
4	2	-11	343	358	4	3	-13	486	548	4	5	-39	375	410	4	6	-19	282	287	4	8	-14	138	132
4	2	-12	144	69	4	3	-12	129	121	4	5	-37	238	242	4	6	-20	339	348	4	8	-15	172	155
4	2	-13	1102	1112	4	3	-11	678	746	4	5	-36	225	242	4	6	-21	615	603	4	8	-18	706	743
4	2	-14	288	278	4	3	-10	650	736	4	5	-34	208	214	4	6	-22	382	391	4	8	-19	240	243
4	2	-15	754	838	4	3	-8	499	537	4	5	-31	462	506	4	6	-23	238	225	4	8	-20	173	191
4	2	-16	227	210	4	3	-7	353	335	4	5	-29	335	309	4	6	-24	294	292	4	8	-21	396	419
4	2	-17	699	811	4	3	-6	315	342	4	5	-28	498	539	4	6	-26	293	305	4	8	-22	179	191
4	2	-18	286	260	4	3	-5	489	513	4	5	-27	526	560	4	6	-27	148	78	4	8	-23	289	314
4	2	-20	299	298	4	3	-4	204	207	4	5	-25	225	255	4	6	-29	184	181	4	8	-24	165	169
4	2	-21	418	466	4	3	-3	633	680	4	5	-23	258	261	4	6	-30	154	160	4	8	-25	269	295
4	2	-22	164	74	4	3	-2	447	456	4	5	-22	358	381	4	6	-34	322	320	4	8	-26	301	306
4	2	-23	280	281	4	3	0	753	721	4	5	-21	231	234	4	6	-36	248	238	4	8	-28	419	453
4	2	-25	789	939	4	3	-1	647	720	4	5	-19	369	386	4	6	-38	177	187	4	8	-29	287	267
4	2	-26	720	715	4	4	-2	1026	1031	4	5	-19	358	426	4	7	-37	204	204	4	8	-30	188	179
4	2	-28	511	574	4	4	-3	327	319	4	5	-18	526	586	4	7	-35	185	184	4	8	-31	157	141
4	2	-30	619	643	4	4	-4	1309	1312	4	5	-17	644	726	4	7	-34	242	239	4	8	-32	359	380
4	2	-31	598	585	4	4	-5	598	586	4	5	-16	457	512	4	7	-33	177	164	4	8	-34	135	137
4	2	-35	117	144	4	4	-6	243	261	4	5	-15	169	171	4	7	-29	281	335	4	9	-31	162	165
4	2	-38	148	86	4	4	-7	583	595	4	5	-14	319	339	4	7	-28	321	369	4	9	-30	225	230
4	2	-39	279	337	4	4	-8	199	182	4	5	-13	673	739	4	7	-25	465	549	4	9	-29	233	240
4	2	-42	175	214	4	4	-9	310	345	4	5	-12	205	212	4	7	-22	213	217	4	9	-28	182	189
4	2	-44	219	236	4	4	-10	376	418	4	5	-11	230	241	4	7	-21	206	250	4	9	-25	277	293
4	2	-45	146	142	4	4	-11	156	147	4	5	-9	537	599	4	7	-20	170	214	4	9	-22	223	249
4	3	-46	247	285	4	4	-12	624	689	4	5	-8	320	350	4	7	-19	290	342	4	9	-21	365	381
4	3	-42	373	383	4	4	-13	252	272	4	5	-7	250	271	4	7	-18	159	196	4	9	-20	237	242
4	3	-41	223	201	4	4	-14	583	668	4	5	-6	342	362	4	7	-17	238	233	4	9	-19	170	183
4	3	-39	200	209	4	4	-15	148	166	4	5	-5	414	471	4	7	-15	335	413	4	9	-18	178	172

OBSERVED AND CALCULATED STRUCTURE FACTORS FOR HEXAMETHYL-TRITELLURATRISTANNINAN PNA2/1 PAGE 7

H	K	L	FO	FC	H	K	L	FO	FC	H	K	L	FO	FC	H	K	L	FO	FC	H	K	L	FO	FC
4	9	-15	371	387	5	10	-19	196	189	5	8	-21	727	716	5	6	20	569	556	5	4	11	767	792
4	9	-14	256	267	5	10	-18	245	255	5	8	-20	332	296	5	6	19	351	364	5	4	10	218	220
4	9	-9	318	323	5	10	-17	381	380	5	8	-19	257	256	5	6	18	431	414	5	4	9	369	400
4	9	-8	235	226	5	10	-16	192	200	5	8	-18	352	339	5	6	17	805	801	5	4	8	345	344
4	9	-7	148	160	5	10	-15	229	219	5	8	-17	594	557	5	6	15	925	922	5	4	7	499	516
4	9	-6	255	228	5	10	-13	818	806	5	8	-16	243	247	5	6	14	427	412	5	4	6	285	281
4	9	-5	566	559	5	10	-12	368	361	5	8	15	854	801	5	6	13	1149	1153	5	4	5	410	398
4	9	-4	146	136	5	10	-11	187	185	5	8	13	516	494	5	6	12	598	611	5	4	4	395	428
4	10	-5	397	411	5	10	-10	336	317	5	8	12	169	168	5	6	10	535	564	5	4	3	469	474
4	10	-4	236	245	5	10	-9	278	285	5	8	11	254	247	5	6	6	373	390	5	4	2	243	248
4	10	-5	175	180	5	10	-7	284	259	5	8	10	357	345	5	6	4	615	612	5	4	1	222	231
4	10	-6	253	248	5	10	-6	221	178	5	8	9	238	255	5	6	0	261	284	5	4	0	318	322
4	10	-7	415	420	5	10	-5	475	439	5	8	8	265	241	5	5	0	255	253	5	3	0	1598	1686
4	10	-8	486	468	5	10	-4	498	476	5	8	7	327	327	5	5	1	260	265	5	3	1	1282	1317
4	10	-9	196	175	5	10	-3	253	226	5	8	6	313	297	5	5	2	714	755	5	3	2	939	933
4	10	-10	273	271	5	10	-2	377	432	5	8	5	284	277	5	5	3	389	396	5	3	3	605	641
4	10	-14	174	158	5	9	-1	350	429	5	8	4	556	523	5	5	4	486	498	5	3	4	1320	1330
4	10	-15	542	576	5	9	-2	420	383	5	8	2	598	602	5	5	5	354	376	5	3	5	519	504
4	10	-16	206	189	5	9	-3	164	130	5	8	1	408	434	5	5	6	456	471	5	3	6	484	460
4	10	-17	317	335	5	9	-4	645	615	5	7	0	1766	1923	5	5	8	922	952	5	3	7	1224	1258
4	10	-18	275	294	5	9	-5	227	150	5	7	1	340	253	5	5	10	371	372	5	3	8	243	222
4	10	-19	187	203	5	9	-6	503	457	5	7	2	1390	1417	5	5	11	357	370	5	3	9	566	602
4	10	-20	326	334	5	9	-7	510	466	5	7	3	419	373	5	5	12	255	255	5	3	13	615	625
4	10	-22	365	386	5	9	-8	269	218	5	7	4	277	247	5	5	13	725	734	5	3	14	404	401
4	10	-24	229	225	5	9	-9	383	372	5	7	5	259	252	5	5	14	299	301	5	3	15	498	524
4	10	-25	284	314	5	9	-10	295	277	5	7	8	421	405	5	5	15	419	431	5	3	17	373	398
4	11	-17	260	269	5	9	-11	186	170	5	7	10	445	445	5	5	16	565	578	5	3	18	339	356
4	11	-15	587	603	5	9	-12	332	331	5	7	11	331	318	5	5	17	338	324	5	3	19	251	247
4	11	-13	350	364	5	9	-13	361	344	5	7	13	444	426	5	5	19	379	405	5	3	21	471	472
4	11	-12	237	235	5	9	-14	455	454	5	7	14	517	500	5	5	20	278	280	5	3	23	829	830
4	11	-11	158	156	5	9	-16	552	551	5	7	16	359	337	5	5	22	637	625	5	3	26	806	795
4	11	-9	197	183	5	9	-17	419	423	5	7	17	386	385	5	5	24	229	189	5	3	28	772	777
4	11	-8	171	157	5	9	-18	160	158	5	7	19	367	360	5	5	27	296	325	5	3	30	579	658
4	11	-7	229	233	5	9	-19	174	148	5	7	20	239	259	5	5	28	499	470	5	3	31	565	524
4	11	-6	154	139	5	9	-20	173	165	5	7	24	482	456	5	5	33	206	173	5	3	33	240	233
4	11	-5	163	183	5	9	-21	180	150	5	7	26	458	430	5	5	34	407	396	5	3	35	254	185
4	11	-4	176	167	5	9	-22	186	155	5	7	28	587	543	5	5	36	327	315	5	3	36	373	350
4	11	-3	211	251	5	9	-23	370	387	5	7	30	524	487	5	5	38	451	434	5	3	37	268	303
4	11	-1	201	161	5	9	-24	166	185	5	7	32	383	358	5	5	40	441	407	5	3	42	322	294
4	11	-4	262	275	5	9	-25	176	183	5	7	33	196	172	5	5	42	396	422	5	3	45	215	167
5	11	-6	314	302	5	8	-34	246	221	5	6	39	284	276	5	4	43	316	271	5	2	42	430	405
5	11	-7	201	183	5	8	-31	551	542	5	6	36	269	271	5	4	41	181	188	5	2	39	205	180
5	11	-8	146	155	5	8	-29	657	644	5	6	34	270	265	5	4	29	287	289	5	2	36	271	256
5	11	-10	342	324	5	8	-28	354	330	5	6	31	316	325	5	4	27	401	394	5	2	34	400	358
5	11	-12	275	287	5	8	-26	147	153	5	6	29	590	559	5	4	25	441	450	5	2	30	324	329
5	11	-13	232	224	5	8	-24	212	228	5	6	27	242	248	5	4	23	215	231	5	2	29	321	335
5	10	-12	170	143	5	8	-23	194	158	5	6	26	334	337	5	4	15	627	644	5	2	27	435	453
5	10	-20	320	328	5	8	-22	243	240	5	6	21	303	295	5	4	13	872	899	5	2	24	431	417

OBSERVED AND CALCULATED STRUCTURE FACTORS FOR HEXAMETHYL-TRITELLURATRISTANNINAN PNA2/1 PAGE 8

H	K	L	FO	FC	H	K	L	FO	FC	H	K	L	FO	FC	H	K	L	FO	FC
5	2	23	535	523	6	11	16	612	507	6	2	7	1209	1151	6	4	13	480	513	6	6	19	543	546
5	2	21	436	440	6	0	19	944	929	6	11	9	451	448	6	4	14	321	328	6	6	20	342	320
5	2	20	345	356	6	0	20	564	604	6	2	11	386	379	6	4	16	988	1018	6	6	21	565	563
5	2	18	529	542	6	0	21	565	539	6	2	12	297	286	6	4	17	927	915	6	6	24	175	185
5	2	15	200	198	6	0	24	341	365	6	2	14	364	334	6	4	18	419	426	6	6	28	395	383
5	2	14	384	372	6	0	25	353	346	6	2	15	624	645	6	4	19	398	367	6	6	29	291	279
5	2	13	576	546	6	11	28	1125	1014	6	2	16	678	666	6	4	22	358	350	6	6	31	186	186
5	2	12	915	910	6	11	31	850	727	6	2	18	622	590	6	4	24	262	264	6	6	34	263	238
5	2	11	1099	1069	6	0	34	736	665	6	2	19	329	340	6	4	26	525	514	6	7	34	194	180
5	2	10	337	319	6	11	39	611	540	6	2	23	836	805	6	4	27	403	388	6	7	33	252	259
5	2	7	1088	1058	6	0	42	523	523	6	2	25	559	502	6	4	33	290	319	6	7	31	186	185
5	2	1	1213	1175	6	0	45	648	575	6	2	26	578	620	6	4	35	184	173	6	7	29	225	232
5	2	0	953	931	6	1	45	399	356	6	2	27	509	542	6	4	37	203	203	6	7	27	364	355
5	1	0	863	724	6	1	43	351	336	6	2	28	466	417	6	4	38	259	297	6	7	25	176	176
5	1	1	969	912	6	1	40	324	271	6	2	30	334	312	6	4	39	349	314	6	7	21	222	228
5	1	2	450	370	6	1	39	559	508	6	2	37	251	229	6	4	42	236	226	6	7	19	261	263
5	1	4	598	583	6	1	37	448	413	6	2	39	176	172	6	5	36	257	251	6	7	12	263	260
5	1	6	225	219	6	11	41	859	859	6	2	42	286	264	6	5	32	326	322	6	7	11	442	436
5	1	7	780	707	6	1	27	418	407	6	2	44	310	277	6	5	31	234	254	6	7	10	260	260
5	1	8	1183	1103	6	1	26	422	458	6	3	43	198	188	6	5	29	207	220	6	7	5	279	253
5	1	9	349	315	6	1	24	594	594	6	3	41	183	158	6	5	27	276	264	6	7	3	923	935
5	1	11	559	539	6	1	23	613	677	6	3	35	180	147	6	5	26	446	446	6	7	0	309	319
5	1	12	940	914	6	1	22	457	420	6	3	32	455	422	6	5	24	321	331	6	8	2	367	392
5	1	14	645	594	6	1	20	584	529	6	3	31	390	367	6	5	20	210	204	6	8	3	159	174
5	1	16	516	502	6	1	19	537	513	6	3	29	275	268	6	5	19	293	290	6	8	4	719	737
5	1	19	262	283	6	1	17	1001	944	6	3	27	639	601	6	5	18	522	525	6	8	6	320	323
5	1	22	446	466	6	1	16	357	271	6	3	26	423	404	6	5	16	228	233	6	8	7	570	558
5	1	23	605	501	6	11	14	727	606	6	3	19	526	500	6	5	15	356	380	6	8	10	509	505
5	1	29	355	358	6	1	13	1841	1722	6	3	18	733	740	6	5	14	473	482	6	8	11	339	349
5	1	31	343	313	6	1	12	400	312	6	3	15	1009	1031	6	5	13	628	637	6	8	12	413	414
5	1	32	387	346	6	1	11	304	260	6	3	13	838	830	6	5	8	332	342	6	8	15	258	255
5	1	34	615	560	6	1	10	1235	1175	6	11	12	530	555	6	5	6	322	356	6	8	16	196	208
5	1	38	385	366	6	1	9	914	878	6	3	11	234	208	6	5	5	449	458	6	8	18	189	203
5	1	42	709	590	6	1	8	920	864	6	3	9	230	243	6	5	4	736	776	6	8	19	340	350
5	11	0	1334	1257	6	1	7	1291	1210	6	3	7	305	288	6	6	0	334	336	6	8	20	522	523
5	0	1	255	211	6	1	6	258	175	6	3	5	824	842	6	6	1	471	497	6	8	21	240	238
5	0	2	1955	1802	6	1	5	879	817	6	3	4	633	657	6	6	2	605	615	6	8	23	562	549
5	11	3	315	274	6	1	4	1296	1214	6	3	3	547	550	6	6	3	507	544	6	8	24	187	178
5	0	4	1353	1256	6	1	3	363	291	6	3	1	354	344	6	6	4	311	311	6	8	25	189	208
5	0	5	733	682	6	1	2	535	490	6	4	0	285	273	6	6	6	241	217	6	8	26	410	392
5	0	6	307	232	6	1	1	1367	1234	6	4	1	353	385	6	6	7	232	243	6	8	27	289	295
5	0	8	339	285	6	2	0	1704	1649	6	4	2	478	479	6	6	9	268	274	6	8	28	250	241
5	11	9	539	479	6	2	1	324	253	6	4	3	269	254	6	6	10	383	328	6	9	24	281	277
5	0	10	665	648	6	2	2	899	856	6	4	4	455	473	6	6	11	1004	1001	6	9	18	521	503
5	0	11	1564	1440	6	2	3	894	887	6	4	6	214	203	6	6	13	441	440	6	9	12	309	313
5	0	12	515	394	6	2	4	613	593	6	4	8	693	719	6	6	15	352	363	6	9	4	318	329
5	0	14	510	484	6	2	5	699	678	6	4	9	608	626	6	6	16	206	210	6	9	2	636	628
5	0	15	1210	1151	6	2	6	426	344	6	4	10	306	308	6	6	18	258	254	6	9	0	428	437

OBSERVED AND CALCULATED STRUCTURE FACTORS FOR HEXAMETHYL-TRITELLURATRISTANNINAN PNA2/1 PAGE 9

H	K	L	FO	FC	H	K	L	FO	FC	H	K	L	FO	FC	H	K	L	FO	FC	H	K	L	FO	FC
11	10	0	410	380	7	8	27	191	201	7	5	6	394	404	7	4	25	234	224	7	2	32	304	296
11	10	1	449	450	7	8	26	303	308	7	5	21	389	403	7	4	24	212	221	7	2	29	563	530
11	10	3	549	550	7	8	22	269	249	7	6	20	346	348	7	4	22	252	255	7	2	25	259	232
11	10	11	286	284	7	8	21	279	278	7	6	19	350	349	7	4	18	763	763	7	2	23	402	375
11	10	7	396	400	7	8	20	408	403	7	6	18	713	755	7	4	17	313	326	7	2	22	524	480
11	10	8	228	198	7	8	18	330	330	7	6	16	715	727	7	4	14	556	610	7	2	21	637	608
11	10	9	293	277	7	8	17	706	203	7	6	15	487	497	7	4	13	296	285	7	2	20	570	584
11	10	10	298	280	7	8	16	467	471	7	6	13	702	704	7	4	12	882	895	7	2	19	365	357
11	10	11	226	207	7	8	15	307	302	7	6	12	634	638	7	4	10	273	309	7	2	17	282	284
11	10	13	428	402	7	8	13	354	363	7	6	10	541	563	7	4	9	245	280	7	2	15	585	560
11	10	14	548	524	7	8	11	538	547	7	6	9	445	460	7	4	8	557	576	7	2	14	304	293
11	10	15	667	630	7	8	10	588	609	7	6	7	700	706	7	4	5	318	337	7	2	11	645	615
11	10	16	317	270	7	8	8	291	284	7	6	6	308	319	7	4	3	320	318	7	2	10	698	694
11	10	17	698	659	7	8	5	325	362	7	6	5	606	640	7	3	0	317	298	7	2	9	276	284
11	10	21	201	195	7	8	3	517	520	7	6	3	279	262	7	3	1	535	534	7	2	8	930	927
11	11	10	447	423	7	8	1	474	488	7	6	2	521	529	7	3	2	521	507	7	2	7	919	932
11	11	9	362	343	7	8	0	611	640	7	6	1	1033	1078	7	3	3	725	709	7	2	6	405	392
11	11	7	600	573	7	7	0	383	377	7	6	0	424	399	7	3	4	556	548	7	2	5	339	285
11	11	6	409	382	7	7	1	655	663	7	5	0	630	634	7	3	5	721	716	7	2	4	618	615
11	11	1	405	392	7	7	3	403	406	7	5	1	396	366	7	3	6	1001	991	7	2	3	331	285
11	11	0	334	326	7	7	5	906	924	7	5	2	1054	1080	7	3	-7	268	220	7	2	2	353	328
11	11	3	386	397	7	7	7	255	262	7	5	4	250	202	7	3	8	333	327	7	2	1	797	747
11	10	16	463	446	7	7	8	562	564	7	5	5	1141	1188	7	3	9	557	549	7	2	0	875	822
11	10	15	233	213	7	7	9	287	278	7	5	6	621	610	7	3	12	292	277	7	1	0	846	784
11	10	13	248	234	7	7	15	362	365	7	5	8	305	293	7	3	13	313	300	7	1	1	953	855
11	10	12	249	243	7	7	14	518	516	7	5	9	470	492	7	3	14	853	878	7	1	2	882	784
11	10	10	594	592	7	7	15	230	229	7	5	10	903	917	7	3	15	276	248	7	1	3	322	308
11	10	5	317	306	7	7	16	524	549	7	5	11	927	929	7	3	17	232	237	7	1	4	504	415
11	10	4	387	369	7	7	18	422	420	7	5	13	598	623	7	3	18	278	292	7	1	5	482	421
11	10	2	604	605	7	7	19	246	254	7	5	15	402	437	7	3	20	408	427	7	1	6	473	433
11	10	0	367	391	7	7	20	575	582	7	5	16	592	591	7	3	21	284	278	7	1	7	690	625
11	9	0	408	398	7	7	21	313	306	7	5	19	1022	1002	7	3	22	291	307	7	1	8	464	450
11	9	1	731	752	7	7	22	303	301	7	5	20	574	550	7	3	23	266	249	7	1	9	425	372
11	9	2	416	409	7	7	23	191	219	7	5	21	268	248	7	3	25	494	460	7	1	10	536	526
11	9	3	494	485	7	7	25	572	569	7	5	23	219	211	7	3	27	316	319	7	1	12	430	398
11	9	4	700	696	7	7	28	263	243	7	5	24	417	439	7	3	28	454	433	7	1	15	677	659
11	9	5	327	305	7	7	30	230	262	7	5	25	441	427	7	3	30	239	186	7	1	19	319	341
11	9	6	319	322	7	7	31	394	398	7	5	27	247	259	7	3	31	446	452	7	1	21	267	232
11	9	7	318	306	7	7	32	441	423	7	5	28	576	574	7	3	33	211	166	7	1	23	542	531
11	9	10	258	268	7	7	34	519	499	7	5	31	380	390	7	3	35	328	238	7	1	24	457	438
11	9	11	457	415	7	6	37	230	227	7	5	35	530	518	7	3	36	582	545	7	1	26	260	231
11	9	12	387	366	7	6	35	299	302	7	5	39	227	268	7	3	38	214	163	7	1	31	529	482
11	9	14	282	305	7	6	31	518	509	7	4	39	294	279	7	3	39	308	310	7	1	32	406	387
11	9	16	408	410	7	6	30	371	410	7	4	38	261	246	7	3	40	204	206	7	1	34	348	315
11	9	17	219	197	7	6	27	321	327	7	4	32	263	267	7	2	43	190	186	7	1	40	200	190
11	9	18	504	473	7	6	26	202	212	7	4	31	328	318	7	2	39	204	206	7	1	42	354	309
11	9	23	254	250	7	6	25	225	218	7	4	29	272	295	7	2	38	276	271	8	0	0	918	863
11	9	25	223	214	7	6	24	317	329	7	4	27	195	200	7	2	34	240	225	8	0	1	980	878

OBSERVED AND CALCULATED STRUCTURE FACTORS FOR HEXAMETHYL-TRITELLURATRISTANNINAN PNA2/1 PAGE 10

H	K	L	FO	FC
8	0	2	888	882
8	0	3	1351	1240
8	0	4	369	262
8	0	5	1378	1297
8	0	6	1082	1030
8	0	8	525	502
8	0	9	685	645
8	0	10	1232	1163
8	0	11	647	568
8	0	12	421	362
8	0	13	1590	1495
8	0	14	648	543
8	0	15	345	329
8	0	16	915	879
8	0	16	273	251
8	0	19	344	306
8	0	20	608	578
8	0	81	805	705
8	0	23	561	491
8	0	24	860	799
8	0	30	521	458
8	1	32	440	474
8	1	35	558	531
8	0	36	379	320
8	0	40	581	487
8	0	42	336	248
8	0	43	359	342
8	1	42	297	270
8	1	37	209	218
8	1	35	225	222
8	1	34	279	278
8	1	32	470	442
8	1	30	255	264
8	1	28	572	508
8	1	26	488	464
8	1	25	272	241
8	1	23	633	585
8	1	21	267	243
8	1	20	567	527
8	1	18	1191	1102
8	1	17	457	463
8	1	16	868	872
8	1	13	305	270
8	1	12	749	712
8	1	11	440	399
8	1	10	357	337
8	1	9	310	272
8	1	7	982	901
8	1	6	394	346
8	1	5	648	627
8	1	4	493	439
8	1	3	409	351
8	1	2	655	610
8	1	1	423	401
8	2	0	712	701
8	2	1	765	697
8	2	2	510	479
8	2	5	883	835
8	2	6	569	544
8	2	5	534	502
8	2	6	320	291
8	2	8	268	274
8	2	12	270	269
8	2	13	327	323
8	2	14	301	275
8	2	17	375	378
8	2	18	332	326
8	2	19	509	492
8	2	20	268	256
8	2	26	246	229
8	2	27	275	291
8	2	29	336	357
8	2	30	287	330
8	2	31	649	641
8	2	32	290	339
8	2	33	416	385
8	2	34	200	214
8	2	36	225	210
8	3	40	204	201
8	3	36	421	399
8	3	33	396	405
8	3	29	208	224
8	3	28	344	315
8	3	27	555	541
8	3	26	236	238
8	3	23	285	267
8	3	20	574	552
8	3	19	479	487
8	3	17	322	301
8	3	16	691	681
8	3	15	251	254
8	3	13	349	355
8	3	11	553	533
8	3	10	941	939
8	3	8	284	271
8	3	7	309	317
8	3	5	404	399
8	3	4	418	396
8	3	3	1140	1144
8	3	2	612	599
8	3	0	987	981
8	4	0	537	509
8	4	1	857	856
8	4	4	329	363
8	4	5	1039	1063
8	4	6	350	310
8	4	8	649	678
8	4	9	816	833
8	4	10	327	304
8	4	13	876	884
8	4	15	349	352
8	4	16	310	263
8	4	17	817	821
8	4	18	345	356
8	4	19	240	249
8	4	20	403	400
8	4	21	279	271
8	4	22	375	365
8	4	24	263	225
8	4	25	787	765
8	4	28	228	238
8	4	30	359	304
8	4	31	792	755
8	4	36	282	286
8	4	38	169	170
8	4	39	485	458
8	5	38	238	241
8	5	34	301	312
8	5	32	289	315
8	5	29	190	206
8	5	24	460	483
8	5	20	262	277
8	5	18	235	242
8	5	17	273	267
8	5	16	636	647
8	5	15	215	194
8	5	14	221	230
8	5	12	412	424
8	5	11	359	409
8	5	10	827	869
8	5	7	322	345
8	5	5	266	244
8	5	4	740	759
8	5	3	281	262
8	5	2	818	839
8	5	1	507	510
8	5	0	621	638
8	6	1	269	252
8	6	2	741	745
8	6	4	417	439
8	6	6	402	414
8	6	8	340	336
8	6	10	378	306
8	6	11	376	379
8	6	15	205	221
8	6	18	201	197
8	6	19	464	483
8	6	20	271	268
8	6	21	464	481
8	6	24	380	396
8	6	26	322	331
8	6	28	288	304
8	6	29	458	464
8	6	31	267	264
8	6	32	306	300
8	7	27	411	419
8	7	26	264	262
8	7	28	233	231
8	7	18	208	226
8	7	15	402	430
8	7	14	233	263
8	7	12	301	320
8	7	4	291	293
8	7	3	516	546
8	7	2	268	262
8	7	0	382	395
8	8	2	281	288
8	8	4	498	510
8	8	11	288	306
8	8	13	396	399
8	8	15	469	482
8	8	17	195	218
8	8	19	183	195
8	8	20	226	246
8	8	23	186	201
8	8	26	257	266
8	9	23	271	259
8	9	22	252	251
8	9	19	295	323
8	9	17	447	449
8	9	13	446	462
8	9	11	477	504
8	9	10	357	349
8	9	9	266	261
8	9	8	413	405
8	9	7	417	415
8	9	3	533	534
8	10	4	422	405
8	10	5	425	425
8	10	6	384	383
8	10	7	519	502
8	10	9	235	213
8	10	10	437	455
8	10	11	302	296
8	10	14	533	513
9	10	2	499	516
9	9	2	513	520
9	9	4	412	448
9	9	5	562	587
9	9	6	301	287
9	9	8	363	341
9	9	9	287	306
9	9	13	899	917
9	9	14	359	327
9	9	15	554	528
9	9	16	357	335
9	9	17	486	500
9	9	19	269	281
9	8	24	305	335
9	8	23	217	209
9	8	21	289	310
9	8	19	217	252
9	8	18	314	317
9	8	17	254	228
9	8	16	303	318
9	8	15	201	230
9	8	14	484	504
9	8	13	696	721
9	8	12	406	412
9	8	8	233	235
9	8	7	526	539
9	6	5	293	337
9	8	2	641	677
9	8	1	377	347
9	8	0	653	667
9	7	1	302	290
9	7	2	454	470
9	7	5	519	520
9	7	8	597	620
9	7	9	276	270

OBSERVED AND CALCULATED STRUCTURE FACTORS FOR HEXAMETHYL-TRITELLURATRISTANNINAN PNA2/1 PAGE 11

H	K	L	FO	FC
9	7	10	343	355
9	7	12	237	250
9	7	15	339	359
9	7	18	214	230
9	7	21	598	620
9	7	22	465	491
9	7	28	468	465
9	7	29	634	637
9	6	28	299	299
9	6	25	330	342
9	6	23	335	355
9	6	17	256	275
9	6	16	268	292
9	6	14	242	259
9	6	13	674	740
9	6	11	276	295
9	6	10	421	453
9	6	8	262	279
9	6	7	736	768
9	6	5	351	351
9	6	4	447	489
9	6	3	518	532
9	6	1	259	264
9	6	0	777	816
9	5	0	938	995
9	5	1	415	415
9	5	2	926	958
9	5	3	777	761
9	5	10	257	252
9	5	11	954	951
9	5	13	392	379
9	5	14	293	304
9	5	15	694	668
9	5	16	209	198
9	5	18	228	226
9	5	19	500	490
9	5	20	214	186
9	5	25	194	202
9	5	27	256	244
9	5	28	580	542
9	5	30	394	378
9	5	31	299	292
9	5	32	320	319
9	5	35	222	207
9	4	37	243	230
9	4	35	218	217
9	4	34	209	210
9	4	33	298	305
9	2	4	31	223
9	2	6	394	346
9	2	8	288	274
9	2	10	510	479
9	2	11	763	697
9	2	12	647	568
9	2	13	1590	1495
9	2	14	543	502
9	2	15	329	329
9	2	16	879	879
9	2	17	251	251
9	2	18	327	323
9	2	19	306	306
9	2	20	578	578
9	2	21	705	705
9	2	22	491	491
9	2	23	342	342
9	2	24	799	799
9	2	25	458	458
9	2	26	474	474
9	2	27	531	531
9	2	28	320	320
9	2	29	487	487
9	2	30	248	248
9	2	31	342	342
9	2	32	270	270
9	2	33	218	218
9	2	34	222	222
9	2	35	278	278
9	2	36	442	442
9	2	37	264	264
9	2	38	508	508
9	2	39	464	464
9	2	40	241	241
9	2	41	585	585
9	2	42	243	243
9	2	43	527	527
9	2	44	1102	1102
9	2	45	463	463
9	2	46	872	872
9	2	47	270	270
9	2	48	712	712
9	2	49	399	399
9	2	50	337	337
9	2	51	272	272
9	2	52	901	901
9	2	53	355	355
9	2	54	250	250
9	2	55	359	359
9	2	56	489	489
9	2	57	761	761
9	2	58	816	816
9	2	59	995	995
9	2	60	415	415
9	2	61	958	958
9	2	62	761	761
9	2	63	252	252
9	2	64	951	951
9	2	65	379	379
9	2	66	304	304
9	2	67	668	668
9	2	68	198	198
9	2	69	226	226
9	2	70	490	490
9	2	71	186	186
9	2	72	202	202
9	2	73	244	244
9	2	74	542	542
9	2	75	378	378
9	2	76	292	292
9	2	77	319	319
9	2	78	207	207
9	2	79	230	230
9	2	80	217	217
9	2	81	210	210
9	2	82	305	305
9	2	83	270	270
9	2	84	712	712
9	2	85	399	399
9	2	86	337	337
9	2	87	272	272
9	2	88	901	901
9	2	89	355	355
9	2	90	250	250
9	2	91	359	359
9	2	92	489	489
9	2	93	761	761
9	2	94	816	816
9	2	95	995	995
9	2	96	415	415
9	2	97	958	958
9	2	98	761	761
9	2	99	252	252
9	2	100	951	951
9	2	101	379	379
9	2	102	304	304
9	2	103	668	668
9	2	104	198	198
9	2	105	226	226
9	2	106	490	490
9	2	107	186	186
9	2	108	202	202
9	2	109	244	244
9	2	110	542	542
9	2	111	378	378
9	2	112	292	292
9	2	113	319	319
9	2	114	207	207
9	2	115	230	230
9	2	116	217	217
9	2	117	210	210
9	2	118	305	305
9	2	119	270	270
9	2	120	712	712
9	2	121	399	399
9	2	122	337	337
9	2	123	272	272
9	2	124	901	901
9	2	125	355	355
9	2	126	250	250
9	2	127	359	359
9	2	128	489	489
9	2	129	761	761
9	2	130	816	816
9	2	131	995	995
9	2	132	415	415
9	2	133	958	958
9	2	134	761	761
9	2	135	252	252
9	2	136	951	951
9	2	137	379	379
9	2	138	304	304
9	2	139	668	668
9	2	140	198	198
9	2	141	226	226
9	2	142	490	490
9	2	143	186	186
9	2	144	202	202
9	2	145	244	244
9	2	146	542	542
9	2	147	378	378
9	2	148	292	292
9	2	149	319	319
9	2	150	207	207
9	2	151	230	230
9	2	152	217	217
9	2	153	210	210
9	2	154	305	305
9	2	155	270	270
9	2	156	712	712
9	2	157	399	399
9	2	158	337	337
9	2	159	272	272
9	2	160	901	901
9	2	161	355	355
9	2	162	250	250
9	2	163	359	359
9	2	164	489	489
9	2	165	761	761
9	2	166	816	816
9	2	167	995	995
9	2	168	415	415
9	2	169	958	958
9	2	170	761	761
9	2	171	252	252
9	2	172	951	951
9	2	173	379	379
9	2	174	304	304
9	2	175	668	668
9	2	176	198	198
9	2	177	226	226
9	2	178	490	490
9	2	179	186	186
9	2	180	202	202
9	2	181	244	244
9	2	182	542	542
9	2	183	378	378
9	2	184	292	292
9	2	185	319	319
9	2	186	207	207
9	2	187	230	230
9	2	188	217	217
9	2	189	210	210
9	2	190	305	305
9	2	191	270	270
9	2	192	712	712
9	2	193	399	399
9	2	194	337	337
9	2	195	272	272
9	2	196	901	901
9	2	197	355	355
9	2	198	250	250
9	2	199	359	359
9	2	200	489	489
9	2	201	761	761
9	2	202	816	816
9	2	203	995	995
9	2	204	415	415
9	2	205	958	958
9	2	206	761	761
9	2	207	252	252
9	2	208	951	951
9	2	209	379	379
9	2	210	304	304
9	2	211	668	668
9	2	212	198	198
9	2	213	226	226
9	2	214	490	490
9	2	215	186	186
9	2	216	202	202
9	2	217	244	244
9	2	218	542	542
9	2	219	378	378
9	2	220	292	292
9	2	221	319	319
9	2	222	207	207
9	2	223	230	230
9	2	224	217	217
9	2	225	210	210
9	2	226	305	305
9	2	227	270	270
9	2	228	712	712
9	2	229	399	399
9	2	230	337	337
9	2	231	272	272
9	2	232	901	901
9	2	233	355	355
9	2	234	250	250
9	2	235	359	359
9	2	236	489	489
9	2	237	761	761
9	2	238	816	816
9	2	239	995	995
9	2	240	415	415
9	2	241	958	958
9	2	242	761	761
9	2	243	252	252
9	2	244	951	951
9	2	245	379	379
9	2	246	304	304
9	2	247	668	668
9	2	248	198	198
9	2	249	226	226
9	2	250	490	490
9	2	251	186	186
9	2	252	202	202
9	2	253	244	244
9	2	254	542	542
9	2	255	378	378
9	2	256	292	292
9	2	257	319	319
9	2	258	207	207
9	2	259	230	230
9	2	260	217	217
9	2	261	210	210
9	2	262	305	305
9	2	263	270	270
9	2	264	712	712
9	2	265	399	399
9	2	266	337	337
9	2	267	272	272
9	2	268	901	901
9	2	269	355	355
9	2	270	250	250
9	2	271	359	359
9	2	272	489	489
9	2	273	761	761
9	2	274	816	816
9	2	275	995	995
9	2	276	415	415
9	2	277	958	958
9	2	278	761	761
9	2	279	252	252
9	2	280	951	951
9	2	281	379	379
9	2	282	304	304
9	2	283	668	668
9	2	284	198	198
9	2	285	226	226
9	2	286	490	490
9	2	287	186	186
9	2	288	202	202
9	2	289	244	244
9	2	290	542	542
9	2	291	378	378
9	2	292	292	292
9	2	293	319	319
9	2	294	207	207
9	2	295	230	230
9	2	296	217	217
9	2	297	210	210
9	2	298	305	305
9	2	299	270	270
9	2	300	712	712
9	2	301	399	399
9	2	302	337	337
9	2	303	272	272
9	2	304	901	901
9	2	305	355	355
9	2	306	250	250
9	2	307	359	359
9	2	308	489	489
9	2	309	761	761
9	2	310	816	816
9	2	311	995	995
9	2	312	415	415
9	2	313	958	958
9	2	314	761	761
9	2	315	252	252
9	2	316	951	951
9	2	317	379	379
9	2	318	304	304
9	2	319	668	668
9	2	320	198	198
9	2	321	226	226
9	2	322	490	490
9	2	323	186	186
9	2	324	202	202
9	2	325	244	244
9	2	326	542	542
9	2	327	378	378
9	2	328	292	292
9	2	329	319	319
9	2	330	207	207
9	2	331	230	230
9	2	332	217	217
9	2	333	210	210
9	2	334	305	305
9	2	335	270	270
9	2	336	712	712
9	2	337	399	399
9	2	338	337	337
9	2	339	272	272
9	2	340	901	901
9	2	341	355	355
9	2	342	250	250
9	2	343	359	359
9	2	344	489	489
9	2	345	761	761
9	2	346	816	816
9	2	347	995	995
9	2	348	415	415
9	2	349	958	958
9	2	350	761	761
9	2	351	252	252
9	2	352	951	951
9	2	353	379	379
9	2	354	304	304
9	2	355	668	668
9	2	356	198	198
9	2	357	226	226
9	2	358	490	490
9	2	359	186	186
9	2	360	202	202
9	2	361	244	244
9	2	362	542	542
9	2	363	378	378
9	2	364	292	292
9	2	365	319	319
9	2	366	207	207
9	2	367	230	230
9	2	368	217	217
9	2	369	210	210
9	2	370	305	305
9	2	371	270	270
9	2	372	712	712
9	2	373	399	399
9	2	374	337	337
9	2	375	272	272
9	2	376	901	901
9	2	377	355	355
9	2	378	250	250
9	2	379	359	359
9	2	380	489	489
9	2	381	761	761
9	2	382	816	816
9	2	383	995	995
9	2	384	415	415
9	2	385	958	958
9	2	386	761	761
9	2	387	252	252
9	2	388	951	951
9	2	389	379	379
9	2	390	304	304
9	2	391	668	668
9	2	392	198	198
9	2	393	226	226
9	2	394	490	490
9	2	395	186	186
9	2	396	202	202
9	2	397	244	244
9	2	398	542	542
9	2	399	378	378
9	2	400	292	292
9	2	401	319	319
9	2	402	207	207
9	2	403	230	230
9	2	404	217	217
9	2	405	210	210
9	2	406	305	305
9	2	407	270	270
9	2	408	712	712
9	2	409	399	399
9	2	410	337	337
9	2	411	272	272
9	2	412	901	901
9	2	413	355	355
9	2	414	250	250
9	2	415	359	359
9	2	416	489	489
9	2	417	761	761
9	2	418	816	816
9	2	419	995	995
9	2	420	415	415
9	2	421	958	958
9	2	422	761	761
9	2	423	252	252
9	2	424	951	951
9	2	425	379	379
9	2	426	304	304
9	2	427	668	668
9	2	428	198	198
9	2	429	226	226
9	2	430	490	490
9	2	431	186	186
9	2	432	202	202
9	2	433	244	244
9	2	434	542	542

OBSERVED AND CALCULATED STRUCTURE FACTORS FOR HEXAMETHYL-TRITELLURATRISTANNINAN PNA2/1 PAGE 12

H	K	L	FO	FC	H	K	L	FO	FC	H	K	L	FO	FC	H	K	L	FO	FC	H	K	L	FO	FC
10	5	18	322	345	10	9	11	380	411	11	5	25	284	309	11	2	8	498	496	12	1	33	359	326
10	5	17	211	241	10	9	10	310	325	11	5	26	397	395	11	2	6	551	514	12	1	32	258	266
10	5	13	338	350	10	9	5	322	356	11	5	27	562	564	11	2	5	468	459	12	1	31	320	298
10	5	12	250	266	11	8	16	382	400	11	4	30	418	401	11	2	4	426	371	12	1	22	325	326
10	5	11	546	549	11	8	15	293	304	11	4	28	251	260	11	2	3	1075	1054	12	1	21	279	267
10	5	8	306	333	11	8	13	312	344	11	4	26	300	295	11	2	1	386	301	12	1	20	340	337
10	5	7	342	349	11	8	11	285	268	11	4	24	220	229	11	2	0	1304	1227	12	1	18	320	309
10	5	6	280	297	11	8	10	682	737	11	4	23	187	167	11	1	0	309	288	12	1	17	256	275
10	5	3	711	711	11	8	4	275	303	11	4	22	202	199	11	1	3	461	457	12	1	16	245	261
10	5	2	445	476	11	8	3	367	409	11	4	20	636	648	11	1	7	458	436	12	1	13	460	467
10	5	1	364	380	11	7	0	537	558	11	4	16	249	252	11	1	8	401	407	12	1	11	499	501
10	6	0	404	405	11	7	2	461	504	11	4	15	353	352	11	1	10	305	303	12	1	10	498	512
10	6	2	304	280	11	7	5	262	279	11	4	14	433	449	11	1	11	435	424	12	1	9	353	328
10	6	3	598	628	11	7	10	419	429	11	4	13	425	441	11	1	12	247	251	12	1	8	473	482
10	6	5	272	305	11	7	11	433	450	11	4	10	487	486	11	1	13	271	257	12	1	7	292	269
10	6	7	306	346	11	7	13	555	578	11	4	6	660	648	11	1	14	443	424	12	1	5	359	357
10	6	8	401	406	11	7	15	313	320	11	4	5	266	264	11	1	15	390	394	12	1	4	306	288
10	6	10	220	220	11	7	16	484	526	11	4	4	431	423	11	1	16	332	332	12	1	3	1078	1019
10	6	11	475	488	11	7	17	240	264	11	4	3	387	393	11	1	18	314	320	12	1	1	582	578
10	6	16	321	348	11	7	19	379	398	11	4	0	1042	1027	11	1	19	341	335	12	1	0	450	460
10	6	17	269	280	11	6	27	265	286	11	3	2	385	381	11	1	21	377	368	12	2	0	756	767
10	6	18	433	432	11	6	26	289	290	11	3	3	311	310	11	1	22	214	208	12	2	1	402	379
10	6	19	300	292	11	6	25	244	253	11	3	5	260	241	11	1	23	583	565	12	2	2	472	442
10	6	22	188	190	11	6	22	281	296	11	3	7	388	373	11	1	31	328	329	12	2	3	296	279
10	6	23	219	223	11	6	20	302	323	11	3	11	455	456	11	1	32	191	169	12	2	4	675	648
10	6	30	227	232	11	6	19	315	315	11	3	12	271	273	11	1	33	211	200	12	2	5	571	569
10	7	25	250	262	11	6	15	617	651	11	3	14	273	254	12	0	2	563	561	12	2	8	608	591
10	7	24	291	312	11	6	13	335	374	11	3	15	849	848	12	0	3	1060	1037	12	2	9	259	233
10	7	22	335	327	11	6	10	494	535	11	3	17	601	586	12	0	6	589	570	12	2	10	259	257
10	7	21	354	352	11	6	8	406	428	11	3	18	356	341	12	0	7	533	509	12	2	11	244	213
10	7	19	357	361	11	6	7	253	247	11	3	19	484	491	12	0	8	367	365	12	2	12	797	785
10	7	18	294	299	11	6	5	434	490	11	3	25	198	208	12	0	10	398	410	12	2	13	262	289
10	7	16	193	227	11	6	4	531	562	11	3	27	215	222	12	0	11	794	813	12	2	18	759	725
10	7	14	207	222	11	5	0	423	438	11	3	28	389	356	12	0	12	436	380	12	2	19	423	427
10	7	13	459	483	11	5	2	397	429	11	2	33	306	305	12	0	13	274	279	12	2	20	200	194
10	7	11	244	249	11	5	3	727	761	11	2	30	428	399	12	0	14	284	268	12	2	22	233	247
10	7	9	293	328	11	5	4	280	254	11	2	29	286	274	12	0	15	327	309	12	2	25	244	248
10	7	8	456	459	11	5	7	416	443	11	2	27	426	404	12	0	17	401	367	12	2	26	505	471
10	7	6	410	425	11	5	8	273	257	11	2	25	484	454	12	0	18	948	938	12	2	28	316	312
10	7	5	650	700	11	5	9	280	291	11	2	22	372	362	12	0	19	518	467	12	2	30	223	225
10	7	2	353	371	11	5	10	334	355	11	2	20	288	280	12	0	20	431	420	12	2	31	313	311
10	7	1	371	370	11	5	11	384	420	11	2	19	328	338	12	0	22	245	227	12	3	30	381	376
10	7	0	485	489	11	5	16	615	656	11	2	18	401	385	12	0	23	307	301	12	3	29	389	387
10	8	4	381	423	11	5	18	293	271	11	2	16	389	390	12	0	24	488	451	12	3	28	248	234
10	8	6	261	292	11	5	19	419	430	11	2	14	573	546	12	0	26	250	236	12	3	24	365	371
10	8	10	285	303	11	5	21	216	230	11	2	13	300	275	12	0	27	599	587	12	3	23	329	325
10	8	12	313	357	11	5	23	435	440	11	2	12	376	371	12	0	31	427	358	12	3	22	258	264
10	8	13	245	246	11	5	24	200	226	11	2	11	509	492	12	0	32	925	898	12	3	21	228	213

OBSERVED AND CALCULATED STRUCTURE FACTORS FOR HEXAMETHYL-TRITELLURATRISTANNINAN PNA2/1 PAGE 13

H	K	L	FO	FC	H	K	L	FO	FC	H	K	L	FO	FC	H	K	L	FO	FC	H	K	L	FO	FC
12	5	20	287	288	12	6	22	253	266	13	3	13	463	462	14	0	20	235	262	14	5	14	267	296
12	3	19	305	336	12	7	12	259	304	13	3	15	258	267	14	0	21	576	562	14	5	12	291	304
12	3	18	314	340	12	7	0	478	507	13	3	16	242	254	14	0	22	383	406	14	5	8	252	251
12	3	16	537	561	12	8	4	344	374	13	3	17	654	652	14	0	24	352	365	14	5	7	419	436
12	3	15	384	376	13	7	0	402	403	13	3	18	394	370	14	1	23	378	383	14	5	1	383	416
12	3	14	231	225	13	7	3	676	701	13	3	24	263	213	14	1	21	250	266	14	5	0	468	462
12	3	13	265	282	13	7	4	299	303	13	3	25	659	660	14	1	20	245	251	14	6	0	468	495
12	3	10	372	380	13	7	8	432	470	13	2	23	271	265	14	1	18	397	412	14	6	3	317	328
12	3	8	274	271	13	6	12	658	694	13	2	22	301	302	14	1	16	344	362	15	4	8	316	341
12	3	7	497	489	13	6	11	314	309	13	2	19	302	305	14	1	14	250	267	15	4	3	275	277
12	3	6	402	433	13	6	8	359	376	13	2	18	209	224	14	1	13	416	438	15	4	2	469	496
12	3	5	365	361	13	6	6	290	316	13	2	14	377	392	14	1	12	238	282	15	3	0	298	312
12	3	3	433	451	13	6	4	756	801	13	2	11	319	322	14	1	11	311	309	15	3	2	313	330
12	3	2	489	486	13	6	3	627	670	13	2	10	385	396	14	1	7	678	692	15	3	4	570	605
12	3	0	534	526	13	6	0	595	603	13	2	9	227	221	14	1	6	399	395	15	3	7	265	286
12	4	0	337	342	13	5	2	405	412	13	2	8	476	502	14	1	4	473	481	15	3	9	323	316
12	4	2	337	341	13	5	4	287	287	13	2	7	307	301	14	1	1	534	512	15	3	10	232	234
12	4	4	265	282	13	5	6	320	323	13	2	6	393	428	14	1	0	1029	1062	15	3	11	327	340
12	4	5	412	404	13	5	8	501	511	13	2	5	404	395	14	2	0	522	530	15	3	12	466	496
12	4	6	678	686	13	5	9	429	430	13	2	4	479	475	14	2	1	296	294	15	2	14	222	218
12	4	7	294	309	13	5	14	335	347	13	2	3	675	689	14	2	2	368	369	15	2	13	285	317
12	4	12	283	287	13	5	15	329	343	13	1	0	553	546	14	2	3	273	298	15	2	10	230	233
12	4	13	446	444	13	5	17	434	448	13	1	2	270	261	14	2	4	470	472	15	2	8	282	289
12	4	14	537	558	13	5	18	329	342	13	1	5	262	254	14	2	5	314	306	15	2	6	525	545
12	4	15	247	239	13	5	19	245	270	13	1	8	262	267	14	2	10	273	289	15	2	3	277	270
12	4	16	308	318	13	5	21	267	279	13	1	11	308	302	14	2	11	404	438	15	2	1	321	331
12	4	18	353	384	13	4	22	240	268	13	1	12	220	222	14	2	12	226	242	15	1	0	410	427
12	4	19	241	231	13	4	16	334	359	13	1	13	273	277	14	2	13	651	676	15	1	4	235	253
12	4	20	321	328	13	4	15	268	290	13	1	18	227	228	14	2	15	606	613	15	1	8	261	271
12	4	22	271	296	13	4	14	220	231	13	1	19	260	242	14	2	17	371	379	15	1	9	276	276
12	4	23	275	277	13	4	10	366	356	13	1	21	400	402	14	3	15	231	277	15	1	10	439	483
12	4	28	386	389	13	4	6	331	314	13	1	22	232	204	14	3	14	295	312	15	1	11	540	536
12	5	25	243	252	13	4	5	272	272	13	1	23	219	252	14	3	13	222	243	15	1	12	233	236
12	5	21	329	332	13	4	3	518	535	13	1	29	310	300	14	3	2	432	430	15	1	15	465	490
12	5	15	717	762	13	4	0	772	786	14	0	7	378	377	14	3	1	436	469	15	1	17	221	236
12	5	7	638	659	13	3	1	419	421	14	0	8	445	434	14	3	0	776	758	15	1	18	290	315
12	6	0	1047	1078	13	3	4	282	254	14	0	9	632	629	14	4	3	712	721	16	0	0	386	384
12	6	1	385	381	13	3	5	739	759	14	0	10	488	473	14	4	5	323	319	16	0	2	437	468
12	6	2	382	383	13	3	6	354	322	14	0	12	410	437	14	4	6	412	433	16	0	3	376	396
12	6	7	303	362	13	3	8	257	238	14	0	14	287	275	14	4	7	271	289	16	0	7	418	460
12	6	8	312	317	13	3	9	592	611	14	0	15	905	891	14	4	10	283	300	16	1	3	502	523
12	6	10	610	645	13	3	10	268	262	14	0	17	263	302	14	4	11	354	361	16	1	2	489	495
12	6	16	216	248	13	3	12	447	465	14	0	19	311	314	14	4	14	420	446	16	1	1	265	273

d) (CH3-SN)4SE6 - ADAMANTAN (P1/)

ATOM	x	y	z	U11	U22	U33	U23	U13	U12
SN1	0.14303(5)	0.13629(5)	0.81260(4)	0.0328(2)	0.0306(2)	0.0298(2)	-0.0011(1)	-0.0011(1)	-0.0187(1)
SN2	0.09658(5)	0.53037(5)	0.71024(4)	0.0292(2)	0.0281(2)	0.0256(2)	0.0003(1)	-0.0027(1)	-0.0117(1)
SN3	0.52699(5)	0.23226(5)	0.66548(4)	0.0275(2)	0.0318(2)	0.0266(2)	-0.0019(1)	0.0023(1)	-0.0138(1)
SN4	0.39069(5)	0.11026(5)	1.01215(4)	0.0322(2)	0.0329(2)	0.0225(2)	-0.0015(1)	-0.0026(1)	-0.0151(1)
SE1	-0.0327(2)	0.16777(7)	0.71688(7)	0.0300(3)	0.0367(3)	0.0365(3)	-0.0001(2)	-0.0054(2)	-0.0169(2)
SE2	0.41684(9)	0.04731(7)	0.66641(7)	0.0407(3)	0.0349(3)	0.0380(3)	-0.0107(2)	0.0067(2)	-0.0212(3)
SE3	0.27273(9)	0.14342(8)	1.03671(6)	0.0423(3)	0.0387(3)	0.0258(3)	0.0024(2)	-0.0013(2)	-0.0229(3)
SE4	0.12632(8)	0.46186(8)	0.55748(6)	0.0359(3)	0.0381(3)	0.0307(3)	0.0053(2)	0.0048(2)	-0.0127(2)
SE5	0.17378(8)	0.56865(7)	0.92971(6)	0.0404(3)	0.0314(3)	0.0308(3)	-0.0060(2)	-0.0053(2)	-0.0117(2)
SE6	0.62941(8)	0.25896(8)	0.87829(6)	0.0280(3)	0.0420(3)	0.0313(3)	-0.0041(2)	-0.0022(2)	-0.0161(2)
C1	0.0833(13)	-0.01741(9)	0.8152(8)	0.054(4)	0.051(4)	0.059(4)	-0.000(3)	0.005(3)	-0.037(4)
C2	-0.0787(9)	0.7332(7)	0.6384(7)	0.047(4)	0.035(3)	0.038(3)	0.003(2)	-0.000(3)	-0.013(3)
C3	0.7336(9)	0.1605(8)	0.5452(7)	0.078(5)	0.035(3)	0.047(4)	-0.010(3)	0.002(3)	-0.008(2)
C4	0.4479(9)	0.3419(8)	1.2008(6)	0.048(3)	0.042(3)	0.026(3)	0.001(2)	-0.013(2)	-0.014(3)

OBSERVED AND CALCULATED STRUCTURE FACTORS FOR (CH3-SN)4SE6 - ADAMANTAN (P1/)

H	K	L	FO	FC	H	K	L	FO	FC	H	K	L	FO	FC	H	K	L	FO	FC	H	K	L	FO	FC
0	-12	2	30	32	0	-4	12	39	39	0	0	6	126	126	0	4	7	19	-21	0	8	3	90	-85
0	-12	1	41	40	0	-4	11	25	-25	0	0	5	45	-45	0	4	6	32	-31	0	8	2	50	-49
0	-11	2	25	-26	0	-4	10	9	9	0	0	4	57	52	0	4	5	124	-130	0	8	1	21	21
0	-11	1	51	-53	0	-4	9	95	96	0	0	3	197	197	0	4	4	22	21	0	8	0	37	39
0	-11	5	64	-61	0	-4	7	39	38	0	0	2	52	-46	0	4	3	30	31	0	9	0	59	58
0	-10	7	24	-23	0	-4	6	23	24	0	0	1	106	106	0	4	2	33	-33	0	9	1	79	79
0	-10	5	57	54	0	-4	5	132	-134	0	1	0	139	-118	0	4	1	87	-80	0	9	2	46	45
0	-10	3	23	23	0	-4	4	235	-245	0	1	1	161	176	0	5	0	57	-56	0	9	3	63	60
0	-10	2	41	43	0	-4	3	66	68	0	1	2	98	-105	0	5	1	69	-62	0	9	5	11	-7
0	-10	1	42	-46	0	-4	2	64	-63	0	1	3	113	-114	0	5	2	85	-82	0	9	6	17	17
0	-9	1	28	-31	0	-4	1	191	-191	0	1	4	145	-145	0	5	3	146	152	0	9	7	23	23
0	-9	2	11	16	0	-3	1	102	101	0	1	5	60	-55	0	5	4	16	-16	0	9	8	52	-51
0	-9	4	65	60	0	-3	2	98	97	0	1	6	20	18	0	5	5	99	-102	0	10	8	9	8
0	-9	5	44	42	0	-3	3	136	143	0	1	7	116	-117	0	5	6	6	5	0	10	7	15	14
0	-9	6	19	18	0	-3	4	165	168	0	1	8	79	-79	0	5	7	21	-22	0	10	6	37	-34
0	-9	8	26	25	0	-3	6	21	21	0	1	9	11	-9	0	5	8	72	-74	0	10	5	45	-43
0	-8	1	31	-32	0	-3	8	104	103	0	1	10	30	-30	0	5	9	102	105	0	10	3	86	-84
0	-8	6	32	32	0	-3	9	59	58	0	1	11	68	-72	0	5	10	102	103	0	10	2	31	-29
0	-8	5	17	15	0	-3	10	45	45	0	1	12	39	41	0	5	11	45	-45	0	10	1	25	23
0	-8	2	96	-99	0	-3	11	8	5	0	1	13	62	-65	0	5	12	45	44	0	10	0	122	-118
0	-8	1	27	-29	0	-2	12	34	-36	0	2	13	53	55	0	6	12	33	-33	0	11	0	35	-35
0	-7	1	151	163	0	-2	11	24	23	0	2	11	15	16	0	6	11	30	30	0	11	1	50	-48
0	-7	2	95	93	0	-2	10	17	16	0	2	10	18	-18	0	6	10	53	54	0	11	2	16	16
0	-7	3	129	-129	0	-2	9	16	-15	0	2	9	111	-112	0	6	8	28	29	0	11	6	26	-23
0	-7	4	58	56	0	-2	8	46	-45	0	2	8	143	-142	0	6	7	103	107	0	11	7	50	46
0	-7	5	32	32	0	-2	7	36	-35	0	2	7	84	83	0	6	5	89	93	0	12	3	9	-8
0	-7	6	37	-37	0	-2	6	163	-162	0	2	6	22	-25	0	6	4	302	324	0	12	2	42	40
0	-7	7	32	-31	0	-2	5	17	17	0	2	5	130	-133	0	6	3	13	-12	0	12	1	26	23
0	-7	9	29	-29	0	-2	4	73	72	0	2	4	36	39	0	6	2	72	-70	0	12	0	18	-15
0	-6	11	23	21	0	-2	2	85	-85	0	2	3	24	-23	0	6	1	133	127	-1	-12	2	60	59
0	-6	10	36	37	0	-2	1	185	-195	0	2	2	12	12	0	6	0	35	35	-1	-11	1	12	11
0	-6	9	19	-19	0	-1	1	154	-164	0	3	0	93	-87	0	7	0	19	18	1	12	1	13	12
0	-6	8	28	-28	0	-1	2	15	13	0	3	2	33	-28	0	7	2	21	20	1	12	2	16	-14
0	-6	7	56	57	0	-1	3	25	-19	0	3	3	16	17	0	7	3	68	-67	1	12	3	38	-38
0	-6	6	46	46	0	-1	4	56	-52	0	3	4	128	-135	0	7	4	81	-81	1	12	6	22	21
0	-6	5	77	77	0	-1	5	235	238	0	3	5	29	29	0	7	5	63	64	1	12	8	22	-20
0	-6	4	75	-75	0	-1	6	192	199	0	3	6	53	54	0	7	6	23	-23	1	11	7	22	19
0	-6	1	62	61	0	-1	7	125	-125	0	3	7	54	54	0	7	7	49	-50	1	11	6	62	59
0	-6	2	113	111	0	-1	8	87	86	0	3	8	123	124	0	7	8	77	-79	1	11	4	61	57
0	-6	1	39	-39	0	-1	9	61	62	0	3	9	36	36	0	7	9	38	-38	1	11	3	145	138
0	-5	2	39	43	0	-1	10	28	-29	0	3	12	60	62	0	7	10	10	-5	1	11	2	38	-37
0	-5	3	119	-123	0	-1	12	13	11	0	3	13	30	31	0	7	11	44	-44	1	11	1	35	-34
0	-5	4	79	-81	0	-1	13	32	-35	0	4	13	28	-29	0	8	11	38	38	1	11	0	53	52
0	-5	6	44	-45	0	0	13	39	-41	0	4	12	30	-30	0	8	9	27	-26	-1	-11	1	14	14
0	-5	7	102	-104	0	0	11	45	46	0	4	11	38	-38	0	8	8	21	21	-1	-11	2	22	-21
0	-5	8	37	38	0	0	9	42	43	0	4	10	75	-75	0	8	6	8	8	-1	-11	3	54	53
0	-5	9	96	-96	0	0	8	92	-92	0	4	9	44	44	0	8	5	27	-28	-1	-11	4	16	15
0	-5	10	149	-151	0	0	7	69	67	0	4	8	32	31	0	8	4	23	-24	-1	-11	5	28	-27

OBSERVED AND CALCULATED STRUCTURE FACTORS FOR (CH3-SN)4S6 - ADAMANTAN (P1/)

H	K	L	FO	FC
-1	-11	6	41	38
-1	-10	7	25	-25
-1	-10	5	39	-37
-1	-10	4	54	-52
-1	-10	1	14	-15
1	10	0	20	-20
1	10	1	52	-51
1	10	2	81	76
1	10	3	17	15
1	10	4	63	-57
1	10	6	20	-17
1	10	7	60	-58
1	10	8	47	45
1	10	9	71	69
1	9	10	34	-33
1	9	9	41	-42
1	9	8	42	44
1	9	5	30	-28
1	9	4	65	-65
1	9	3	8	5
1	9	2	13	13
1	9	1	41	-39
1	9	0	63	-62
-1	-9	1	10	-7
-1	-9	2	111	-109
-1	-9	4	18	14
-1	-9	5	112	-111
-1	-9	6	49	-49
-1	-9	7	31	30
-1	-9	8	25	24
-1	-8	10	26	26
-1	-8	9	56	58
-1	-8	5	67	68
-1	-8	4	93	92
-1	-8	3	52	52
-1	-8	2	86	82
-1	-8	1	28	-25
1	8	1	17	16
1	8	2	20	21
1	8	3	88	-84
1	8	4	21	-20
1	8	5	22	22
1	8	7	75	78
1	8	8	32	35
1	8	9	8	-7
1	8	11	41	41
1	7	12	35	35
1	7	9	30	-30
-1	-7	8	85	-88
-1	-7	7	71	-73
-1	-7	6	89	93
-1	-7	5	59	-58
-1	-7	4	60	-60
-1	-7	3	38	37
-1	-7	2	23	21
-1	-7	1	10	-10
-1	-7	2	129	-123
-1	-7	3	23	-23
-1	-7	5	51	53
-1	-7	6	18	-19
-1	-7	7	76	-76
-1	-7	9	18	-17
-1	-6	11	24	-25
-1	-6	10	17	18
-1	-6	9	67	66
-1	-6	8	80	-88
-1	-6	7	64	66
-1	-6	6	155	159
-1	-6	4	16	14
-1	-6	3	15	13
-1	-6	2	75	-75
-1	-6	1	101	-97
1	6	0	112	107
1	6	2	82	-80
1	6	3	116	-120
1	6	4	78	-80
1	6	5	31	32
1	6	6	91	-95
1	6	7	74	-76
1	6	9	26	-26
1	6	10	60	-61
1	6	11	46	45
1	6	12	17	-15
1	5	13	11	7
1	5	12	58	-57
1	5	10	42	41
1	5	8	19	19
1	5	7	67	-69
1	5	6	77	81
1	5	5	97	103
1	5	4	11	-11
1	5	3	51	54
1	5	2	175	184
1	5	1	18	-15
1	5	0	163	154
-1	-5	1	435	374
-1	-5	2	14	-15
-1	-5	3	45	-47
-1	-5	4	118	120
-1	-5	5	27	29
-1	-5	6	50	-50
-1	-5	7	91	93
-1	-5	8	26	25
-1	-5	9	60	-61
-1	-5	10	40	40
-1	-5	11	19	18
-1	-5	12	30	30
-1	-4	12	50	-52
-1	-4	11	26	-26
-1	-4	10	15	-13
-1	-4	9	53	-55
-1	-4	8	78	-79
-1	-4	7	10	-11
-1	-4	5	86	-88
-1	-4	4	73	-73
-1	-4	3	115	-118
-1	-4	2	157	161
-1	-4	1	65	-63
1	4	0	184	-176
1	4	1	20	17
1	4	2	47	-48
1	4	3	96	-100
1	4	4	197	189
1	4	5	226	243
1	4	6	95	-99
1	4	7	87	90
1	4	8	102	103
1	4	9	17	-16
1	4	10	18	17
1	4	11	22	20
1	4	12	28	-30
1	4	13	10	-10
1	3	13	44	46
1	3	12	11	-12
1	3	11	29	-31
1	3	10	30	26
1	3	8	54	-55
1	3	7	58	-59
1	3	6	80	-82
1	3	5	165	-176
1	3	4	62	67
1	3	3	62	63
1	3	2	22	-22
1	3	1	112	-116
-1	-3	1	175	-165
-1	-3	3	25	-24
-1	-3	5	6	5
-1	-3	6	68	-67
-1	-3	7	12	11
-1	-3	8	145	-146
-1	-3	9	124	-123
-1	-3	10	78	-79
-1	-3	11	8	9
-1	-2	12	23	24
-1	-2	13	53	57
-1	-2	10	25	26
-1	-2	9	101	104
-1	-2	8	92	90
-1	-2	7	63	61
-1	-2	6	85	83
-1	-2	5	104	-102
-1	-2	4	16	14
-1	-2	3	30	-22
-1	-2	2	14	-14
-1	-2	1	119	-129
1	2	1	90	98
1	2	2	94	103
1	2	3	193	210
1	2	4	24	22
1	2	5	7	8
1	2	6	6	-5
1	2	7	116	114
1	2	8	89	88
1	2	9	55	55
1	2	10	18	20
1	2	12	18	19
1	1	13	49	52
1	1	12	40	41
1	1	11	47	49
1	1	10	41	-42
1	1	9	39	39
1	1	8	115	117
1	1	7	7	-5
1	1	6	22	21
1	1	5	19	-19
1	1	4	218	-218
1	1	3	291	-276
1	1	2	159	164
1	1	1	83	-91
-1	-1	1	205	-169
-1	-1	1	50	50
-1	-1	2	40	-33
-1	-1	3	10	-9
-1	-1	4	69	65
-1	-1	5	25	25
-1	-1	6	154	-152
-1	-1	7	12	-14
-1	-1	8	13	-13
-1	-1	9	48	49
-1	-1	10	15	15
-1	-1	11	68	-71
-1	-1	12	23	-22
-1	-1	13	26	-25
-1	0	13	39	41
-1	0	12	50	-53
-1	0	11	76	78
-1	0	10	130	134
-1	0	9	49	-51
-1	0	8	6	-6
-1	0	6	103	-99
-1	0	5	66	-63
-1	0	4	172	170
-1	0	3	51	-51
-1	0	2	117	-114
-1	0	1	108	-113
1	0	0	102	-87
1	0	1	110	113
1	0	2	168	-176
1	0	3	140	-137
1	0	5	66	-60
1	0	6	150	-151
1	0	7	75	73
1	0	8	100	-100
1	0	9	253	-265
1	0	10	29	-28
1	0	11	12	-12
1	0	12	53	-56
1	-1	12	16	17
1	-1	10	47	49
1	-1	9	54	55
1	-1	8	103	-103
1	-1	6	104	102
1	-1	5	64	62
1	-1	4	93	89
1	-1	3	119	-120
1	-1	2	124	129
1	-1	1	161	165

OBSERVED AND CALCULATED STRUCTURE FACTORS FOR (CH3-SN)4S6 - ADAMANTAN (P1/)

H	K	L	FO	FC
-1	1	0	25	-27
-1	1	1	65	66
-1	1	2	187	204
-1	1	3	85	-85
-1	1	4	93	93
-1	1	5	412	371
-1	1	6	68	67
-1	1	8	110	111
-1	1	9	25	25
-1	1	10	34	-35
-1	11	11	63	65
-1	1	12	19	22
-1	1	13	40	-43
-1	2	13	35	-36
-1	2	12	48	-49
-1	2	11	17	-17
-1	2	10	26	-27
-1	2	9	94	-93
-1	2	8	71	-72
-1	2	7	73	-73
-1	2	6	105	106
-1	2	5	97	-96
-1	2	4	144	-151
-1	2	3	21	20
-1	2	2	30	-28
-1	2	1	13	-12
-1	2	0	226	249
1	-2	1	267	264
1	-2	2	186	-187
1	-2	3	106	105
1	-2	4	114	114
1	-2	5	50	-49
1	-2	6	22	-22
1	-2	7	6	5
1	-2	8	63	-62
1	-2	9	21	-21
1	-2	10	68	69
1	-2	13	35	-35
1	-3	12	51	-53
1	-3	11	38	-39
1	-3	10	56	-54
1	-3	9	63	63
1	-3	7	28	-27
1	-3	6	31	30
1	-3	5	62	62
1	-3	4	17	-18
1	-3	3	58	-56
1	-3	2	33	-34
-1	-3	1	218	-221
-1	-3	2	12	13
-1	-3	3	115	-123
-1	-3	4	123	-128
-1	-3	5	43	-44
-1	-3	6	31	-32
-1	-3	7	14	14
-1	-3	9	22	22
-1	-3	10	58	-56
-1	-3	12	32	31
-1	-3	13	34	-35
-1	-4	13	50	51
-1	-4	12	18	18
-1	-4	11	24	23
-1	-4	10	21	21
-1	-4	9	75	-76
-1	-4	8	19	20
-1	-4	7	15	15
-1	-4	6	20	-20
-1	-4	5	21	-21
-1	-4	4	64	66
-1	-4	3	85	87
-1	-4	2	125	130
-1	-4	1	158	159
-1	-4	0	40	-46
1	-4	1	18	18
1	-4	3	106	109
1	-4	4	107	109
1	-4	5	39	38
1	-4	7	20	20
1	-4	8	49	49
1	-4	10	69	69
1	-4	11	8	5
1	-4	12	10	-7
1	-5	11	13	13
1	-5	9	68	68
1	-5	8	31	31
1	-5	7	71	69
1	-5	6	65	-64
1	-5	4	122	123
1	-5	2	38	38
1	-5	1	55	57
-1	-5	0	128	-146
-1	-5	1	234	-260
-1	-5	2	76	75
-1	-5	3	79	-79
-1	-5	4	133	-139
-1	-5	5	16	15
-1	-5	6	47	-48
-1	-5	7	34	-34
-1	-5	8	33	33
-1	-5	9	18	17
-1	-5	10	64	-62
-1	-5	12	12	-13
-1	-6	10	38	-37
-1	-6	8	81	82
-1	-6	7	29	-28
-1	-6	6	28	-29
-1	-6	4	15	-15
-1	-6	3	68	69
-1	-6	2	107	-106
-1	-6	1	75	-81
1	-6	1	45	-50
1	-6	2	142	-132
1	-6	3	31	31
1	-6	4	128	-127
1	-6	5	261	-269
1	-6	6	20	20
1	-6	8	53	-53
1	-6	10	26	26
1	-7	10	76	-76
1	-7	7	15	-12
1	-7	6	32	32
1	-7	5	73	71
1	-7	4	64	-62
1	-7	3	17	-16
1	-7	2	65	67
1	-7	1	69	75
-1	7	0	74	82
-1	7	1	38	-41
-1	7	2	70	71
-1	7	3	80	79
-1	7	5	20	21
-1	7	6	79	79
-1	7	7	55	-53
-1	7	9	153	151
-1	7	10	38	38
-1	8	10	23	23
-1	8	9	44	-43
-1	8	8	38	-37
-1	8	7	17	15
-1	8	5	23	22
-1	8	4	100	98
-1	8	3	65	62
-1	8	2	97	-105
-1	8	1	30	32
-1	8	0	32	36
-1	8	1	38	-39
-1	8	2	34	-35
-1	8	3	12	11
-1	8	4	68	-67
-1	8	5	12	11
-1	8	6	50	-50
-1	8	7	91	93
-1	8	8	42	-44
-1	8	9	124	-123
-1	8	10	40	40
-1	8	11	31	31
-1	8	12	30	30
-1	9	11	8	9
-1	9	10	25	26
-1	9	9	104	-102
-1	9	8	6	6
-1	9	7	116	114
-1	9	6	89	88
-1	9	5	55	55
-1	9	4	18	20
-1	9	3	18	19
-1	9	2	40	41
-1	9	1	47	49
-1	9	0	59	59
-1	10	1	41	-42
-1	10	2	44	47
-1	10	3	54	-55
-1	10	4	42	-42
-1	10	6	22	21
-1	10	7	27	26
-1	10	8	46	42
-1	10	9	34	33
-1	10	10	34	-35
-1	10	11	8	8
-1	10	12	43	-41
-1	10	13	29	31
-1	10	14	40	40
-1	10	15	58	53
-1	11	13	29	30
-1	11	12	32	-33
-1	11	11	56	-58
-1	11	10	38	39
-1	11	9	74	-72
-1	11	8	29	21
-1	11	7	28	30
-1	11	6	33	34
-1	11	5	49	52
-1	11	4	23	-24
-1	11	3	47	-49
-1	11	2	31	-33
-1	11	1	43	-46
-2	10	2	14	-15
-2	10	3	9	-12
-2	10	4	40	39
-2	9	8	19	17
-2	9	7	54	-52
-2	9	5	24	22
-2	9	4	29	27
-2	9	3	22	-22
-2	9	1	54	58
-2	9	2	18	20
-2	9	3	17	-15
-2	9	4	34	-34
-2	9	5	26	26
-2	9	6	48	45
-2	8	8	32	-31
-2	8	7	64	62
-2	8	6	20	-19
-2	8	5	100	-96
-2	8	2	18	-19
-2	8	1	31	34
-2	8	0	70	77
-2	8	1	50	-55
-2	8	3	49	48
-2	8	4	68	66
-2	8	5	51	50
-2	8	7	47	45
-2	8	8	61	38
-2	7	9	11	-8
-2	7	8	47	45
-2	7	7	52	-52
-2	7	6	53	-53
-2	7	4	33	-32
-2	7	3	99	-100
-2	7	2	9	10
-2	7	1	91	-99
-2	7	0	210	-246
-2	7	1	29	32
-2	7	2	23	25
-2	7	3	72	-69
-2	7	4	15	-15
-2	7	5	29	28
-2	7	6	59	-58
-2	7	8	32	31
-2	7	9	35	-32
-2	6	10	24	24
-2	6	8	37	37
-2	6	7	63	63
-2	6	5	10	-7

OBSERVED AND CALCULATED STRUCTURE FACTORS FOR (CH3-SN)4S6 - ADAMANTAN (P1/)

H	K	L	FO	FC
2	-6	4	45	45
2	-6	3	18	19
2	-6	2	71	71
2	-6	1	80	-84
-2	6	0	10	-13
-2	6	1	84	93
-2	6	2	19	18
-2	6	4	65	64
-2	6	5	97	-97
-2	6	6	145	-153
-2	6	7	47	47
-2	6	8	53	-51
-2	6	9	64	-64
-2	6	10	9	13
-2	6	11	22	-22
-2	5	12	24	23
-2	5	10	9	8
-2	5	9	30	33
-2	5	8	49	49
-2	5	7	69	68
-2	5	6	81	83
-2	5	5	53	-55
-2	5	3	7	6
-2	5	2	53	51
-2	5	1	111	122
2	-5	1	14	-11
2	-5	2	31	31
2	-5	3	74	72
2	-5	5	110	111
2	-5	6	22	21
2	-5	7	11	-13
2	-5	8	107	106
2	-5	9	63	64
2	-5	10	9	-6
2	-5	11	21	-21
2	-4	9	18	-17
2	-4	8	72	-72
2	-4	7	96	-95
2	-4	6	67	-66
2	-4	5	75	-76
2	-4	4	75	75
2	-4	3	9	-7
2	-4	2	14	-11
-2	4	0	87	98
-2	4	1	19	-23
-2	4	2	42	-42
-2	4	3	17	-17
-2	4	4	156	-162
-2	4	5	78	-29
-2	4	6	17	17
-2	4	7	11	9
-2	4	8	84	-84
-2	4	9	49	-48
-2	4	10	34	-35
-2	4	11	20	-22
-2	3	13	36	-36
-2	3	12	30	-30
-2	3	11	34	34
-2	3	10	50	-48
-2	3	9	82	-84
-2	3	8	15	15
-2	3	7	20	-20
-2	3	6	14	13
-2	3	5	155	161
-2	3	4	173	186
-2	3	3	137	-143
-2	3	2	55	54
-2	3	1	121	122
-2	3	0	52	-54
2	-3	1	26	-27
2	-3	2	10	-10
2	-3	3	19	-18
2	-3	4	22	-20
2	-3	5	119	117
2	-3	6	31	31
2	-3	8	62	-63
2	-3	10	77	75
2	-3	12	19	20
2	-2	13	43	-43
2	-2	11	60	61
2	-2	10	61	-61
2	-2	9	141	-142
2	-2	8	39	38
2	-2	7	24	23
2	-2	6	18	-16
2	-2	5	96	94
2	-2	4	120	117
2	-2	3	158	-162
2	-2	2	32	34
2	-2	1	135	132
-2	0	13	113	122
-2	0	2	93	94
-2	0	1	54	-56
-2	0	3	117	125
-2	0	4	109	111
-2	0	6	35	33
-2	0	7	124	123
-2	0	8	63	-64
-2	0	9	53	51
-2	0	10	203	203
-2	0	12	30	30
-2	0	13	43	45
-2	1	13	8	-6
-2	1	11	57	-58
-2	1	10	16	-16
-2	1	9	84	84
-2	1	7	54	-53
-2	1	6	31	-30
-2	1	5	61	-60
-2	1	4	132	134
-2	1	3	132	-138
-2	1	2	131	-138
-2	1	1	32	34
-2	1	0	68	-70
2	-1	1	188	-193
2	-1	2	75	73
2	-1	3	140	-140
2	-1	4	403	-371
2	-1	5	40	-37
2	-1	7	114	-112
2	-1	8	28	-26
2	-1	9	33	33
2	-1	10	67	-67
2	-1	11	19	-19
2	-1	12	37	38
2	-1	13	16	-17
2	1	13	61	63
2	1	11	49	-51
2	1	10	41	-42
2	1	9	29	-30
2	1	8	102	103
2	1	7	18	-19
2	1	6	17	-16
2	1	5	30	30
2	1	4	51	52
2	1	3	91	-91
2	1	2	77	-81
2	1	1	106	-117
2	1	0	289	-287
2	2	1	38	39
2	2	2	21	20
2	2	3	10	-7
2	2	4	155	-150
-2	2	2	109	-105
-2	2	3	55	-56
-2	2	4	83	-82
-2	2	5	90	88
-2	2	6	44	-43
-2	2	5	165	-165
-2	2	4	17	17
-2	2	3	59	-58
-2	2	2	72	-71
-2	2	1	198	210
-2	2	0	368	291
-2	3	1	133	-139
-2	3	2	101	108
-2	3	3	166	183
-2	3	4	26	-27
-2	3	5	30	29
-2	3	6	18	20
-2	3	7	40	-39
-2	3	8	25	-25
-2	3	9	77	76
-2	3	10	13	14
-2	3	11	17	18
-2	3	12	37	-37
-2	3	13	15	-15
-2	4	13	68	-70
-2	4	12	47	48
-2	4	11	26	26
-2	4	10	10	-8
-2	4	9	66	66
-2	4	8	34	35
-2	4	7	134	-138
-2	4	6	34	38
-2	4	5	87	93
-2	4	4	37	36
-2	4	3	39	39
-2	4	2	72	-77
-2	4	1	138	136
-2	4	0	150	136
-2	4	1	14	11
-2	4	2	58	61

OBSERVED AND CALCULATED STRUCTURE FACTORS FOR (CH3-SN)4S6 - ADAMANTAN (P1/)

H	K	L	FO	FC
-2	-4	1	179	188
-2	-4	4	49	-49
-2	-4	5	140	142
-2	-4	6	311	325
-2	-4	9	68	69
-2	-4	10	11	13
-2	-4	11	34	-34
-2	-4	12	51	54
-2	-5	12	21	23
-2	-5	11	93	95
-2	-5	10	17	-18
-2	-5	9	8	7
-2	-5	7	50	-49
-2	-5	6	61	-59
-2	-5	5	91	93
-2	-5	4	12	13
-2	-5	3	78	-80
-2	-5	2	96	-97
-2	-5	1	112	-113
2	5	0	114	105
2	5	1	132	-127
2	5	2	127	-131
2	5	3	26	27
2	5	4	48	-53
2	5	5	121	-126
2	5	6	82	84
2	5	7	31	-31
2	5	8	245	-264
2	5	9	56	-57
2	5	10	22	-21
2	5	11	70	-71
2	5	12	18	-19
2	5	13	11	10
2	6	12	57	57
2	6	11	38	38
2	6	10	27	28
2	6	9	32	-39
2	6	8	49	50
2	6	7	73	75
2	6	6	10	-11
2	6	5	15	-16
2	6	4	45	-46
2	6	3	169	-180
2	6	2	163	-164
2	6	1	173	161
2	6	0	67	-58
-2	-6	1	85	-80
-2	-6	2	45	44
-2	-6	3	24	24
-2	-6	4	32	33
-2	-6	5	52	52
-2	-6	7	95	-97
-2	-6	8	7	11
-2	-6	10	38	39
-2	-7	11	9	-10
-2	-7	10	49	49
-2	-7	9	64	66
-2	-7	8	37	38
-2	-7	7	70	72
-2	-7	6	36	-36
-2	-7	4	23	23
-2	-7	3	77	-75
-2	-7	1	36	-35
2	7	0	39	36
2	7	1	16	14
2	7	2	52	54
2	7	3	32	33
2	7	4	17	-17
2	7	5	15	-15
2	7	6	65	69
2	7	7	77	77
2	7	8	41	43
2	7	9	26	27
2	7	11	11	8
2	8	11	23	-21
2	8	10	26	-27
2	8	8	14	-11
2	8	7	58	-62
2	8	6	38	-38
2	8	5	74	-76
2	8	4	90	-94
2	8	3	65	65
2	8	1	22	-21
2	8	0	80	-77
2	9	1	75	-75
2	9	2	23	-19
2	9	4	29	-29
2	9	5	53	-55
2	9	7	84	-87
2	9	8	57	-58
2	9	9	33	-34
2	9	10	29	-30
2	9	11	30	-31
2	9	12	41	-38
2	9	13	99	-96
-2	-6	4	14	14
-2	-6	5	33	-32
-2	-6	7	31	-30
-2	-6	8	53	51
-2	-6	9	44	-44
-2	-6	10	16	-16
-2	-6	11	13	-13
-2	-7	11	10	10
-2	-7	10	25	26
-2	-7	9	27	22
-2	-7	8	82	85
-2	-7	7	22	-23
-2	-7	6	42	-42
-2	-7	5	53	52
-2	-7	4	59	56
-2	-7	3	41	-40
-2	-7	2	96	93
-2	-7	1	31	-29
2	7	13	41	-40
2	7	12	25	-25
2	7	10	48	48
2	7	9	58	59
2	7	8	34	34
2	7	7	162	164
2	7	6	22	17
2	7	5	33	25
2	7	4	231	-239
2	7	3	303	-281
2	7	2	182	181
2	7	1	41	-40
2	7	0	82	85
2	8	12	9	-9
2	8	8	52	50
2	8	2	32	34
2	8	0	113	122
2	9	0	14	14
2	9	1	33	-32
2	9	2	84	-79
2	9	3	82	78
2	9	4	151	152
2	9	5	46	-47
2	9	6	46	47
2	9	7	82	85
2	9	9	32	32
2	9	10	25	26
2	10	9	27	22
2	10	8	12	-9
2	10	4	22	-23
2	10	5	53	52
2	10	4	59	56
2	10	2	36	34
2	10	1	97	94
-2	-10	4	96	93
-2	-10	3	41	-40
-2	-10	2	30	-27
-2	-10	1	52	50
-2	-10	7	25	-25
-2	-10	8	48	48
-2	-11	4	10	10
-2	-11	3	18	-18
-2	-11	2	44	-42
-2	-11	1	31	31
-2	-11	7	16	16
-2	-11	8	30	-29
-2	-12	2	59	-58
-2	-12	1	57	-53
-2	-12	4	20	19
-2	-12	5	48	-44
-2	-12	6	51	-49
-2	-12	8	18	-18
-2	-12	9	61	56
-2	-12	3	50	-47
-2	-13	0	21	19
-2	-13	2	29	-29
-2	-13	3	17	-16
-2	-13	5	41	-38
-2	-13	6	30	-28
-2	-13	7	66	-67
-2	-13	8	77	76
-2	-13	9	99	-96
3	13	0	16	-16
3	13	1	37	-36
3	13	2	23	-24
3	12	3	24	-25
3	12	4	23	-24
3	12	1	45	45
3	12	2	29	26
3	12	3	18	-18
3	12	4	16	-16
3	12	5	23	22
3	12	6	42	39
3	12	7	23	23
3	11	8	18	-19
3	11	7	32	32
3	11	6	24	25
3	11	5	9	-11
3	11	4	18	-18
3	11	3	29	-28
3	11	2	82	-79
3	11	1	31	-29
3	11	0	87	85
-3	-11	1	27	-27
-3	-11	2	20	-20
-3	-11	3	25	24
-3	-11	4	21	21
-3	-11	5	44	-42
-3	-10	8	15	-16
-3	-10	7	26	-28
-3	-10	6	26	26
-3	-10	5	25	27
-3	-10	4	33	-30
-3	-10	3	49	-48
-3	-10	2	69	-66
-3	-10	1	51	50
3	10	0	50	-48
3	10	1	81	-77
3	10	2	23	21
3	10	3	29	-27
3	10	4	70	-68
3	10	5	54	54
3	10	6	22	20
3	10	7	143	-148
3	10	8	47	-47
3	10	9	13	-14
3	10	11	51	-51
3	9	10	21	22
3	9	9	13	-14
3	9	8	69	50
3	9	6	97	-99
3	9	5	44	45
3	9	4	46	46
3	9	1	14	-14
3	9	0	77	74
3	8	1	70	68
3	8	2	21	19
3	8	3	38	38
3	8	4	97	95
3	8	5	21	-21
3	8	6	89	-92
3	8	7	37	36
3	8	8	39	39
3	8	9	13	-15
3	8	10	28	-31
3	8	9	48	-48
3	8	8	40	41
3	8	6	96	-97
3	8	4	38	-39
3	8	3	66	-66
3	8	2	93	89
3	8	1	200	195
3	8	0	54	-52
3	8	1	50	47
3	8	2	152	143
3	8	4	51	54
3	8	5	31	33
3	8	6	18	-21
3	8	8	50	51
3	8	9	16	17
3	8	10	20	22
3	8	11	22	-23
3	7	12	27	-27
3	7	11	55	-56
3	7	10	19	-18
3	7	9	23	-23
3	7	7	84	88
3	7	6	29	-30
3	7	5	19	-19
3	7	4	16	13
3	7	3	12	12
3	7	2	99	-95
3	7	1	59	-53
3	7	0	118	-112
-3	-7	1	139	-134
-3	-7	2	44	44
-3	-7	4	20	-20
-3	-7	5	96	-100

OBSERVED AND CALCULATED STRUCTURE FACTORS FOR (CH3-SN)4SE6 - ADAMANTAN (P1/)

H	K	L	FO	FC
-3	-7	6	48	-53
-3	-7	7	37	-38
-3	-7	9	17	-17
-3	-7	10	27	-29
-3	-6	11	21	-22
-3	-6	9	32	34
-3	-6	8	14	-14
-3	-6	7	29	-33
-3	-6	6	29	-29
-3	-6	5	37	38
-3	-6	4	27	27
-3	-6	3	128	134
-3	-6	2	12	14
-3	-6	1	42	-40
3	H	0	16	-17
3	6	1	65	59
3	6	2	143	148
3	6	3	38	40
3	6	4	24	25
3	6	6	11	12
3	6	7	18	-18
3	6	8	47	48
3	6	9	7	6
3	6	10	47	-47
3	6	11	42	43
3	H	12	56	58
3	5	11	51	53
3	5	10	70	71
3	5	8	43	43
3	5	7	104	107
3	5	6	58	60
3	5	5	44	46
3	5	4	88	-92
3	5	3	65	68
3	5	2	104	109
3	5	0	33	-32
-3	-5	1	23	-23
-3	-5	2	211	-221
-3	-5	3	166	-172
-3	-5	4	140	146
-3	-5	5	70	-70
-3	-5	6	53	-54
-3	-5	7	33	34
-3	-5	9	9	-12
-3	-5	10	40	42
-3	-5	12	45	-47
-3	-4	12	23	-24
-3	-4	10	45	45
-3	-4	9	117	-117
-3	-4	8	46	-45
-3	-4	7	35	-36
-3	-4	6	78	-77
-3	-4	5	118	117
-3	-4	4	86	-86
-3	-4	3	134	-136
-3	-4	2	53	55
-3	-4	1	56	-55
3	4	0	171	-164
3	4	1	95	95
3	4	2	36	-37
3	4	3	373	-371
3	4	4	103	-107
3	4	5	20	-20
3	4	6	138	-163
3	4	7	38	-38
3	4	8	13	14
3	4	9	73	-72
3	4	10	35	-36
3	4	11	38	39
3	3	13	12	12
3	3	12	45	-47
3	3	11	56	-59
3	3	10	65	66
3	3	9	121	-121
3	3	8	150	-151
3	3	7	85	82
3	3	6	49	48
3	3	5	23	-23
3	3	4	134	140
3	3	3	85	87
3	3	2	184	-206
3	3	1	96	99
3	3	0	142	127
-3	-3	1	95	95
-3	-3	2	39	41
-3	-3	3	17	-16
-3	-3	4	120	119
-3	-3	5	98	96
-3	-3	6	23	24
-3	-3	7	38	35
-3	-3	8	114	113
-3	-3	9	65	-66
-3	-3	10	77	80
-3	-3	11	147	154
-3	-2	13	31	-34
-3	-2	12	27	28
-3	-2	11	24	-25
-3	-2	10	92	-97
-3	-2	9	11	10
-3	-2	8	40	-40
-3	-2	7	23	-23
-3	-2	6	142	138
-3	-2	5	228	221
-3	-2	4	102	-96
-3	-2	3	53	49
-3	-2	2	190	189
-3	-2	1	32	-31
3	2	0	40	33
3	2	2	23	-20
3	2	3	18	-17
3	2	4	132	130
3	2	5	66	64
3	2	6	24	24
3	2	7	68	-68
3	2	8	34	-35
3	2	9	110	111
3	2	10	27	27
3	2	11	29	29
3	2	12	35	37
3	2	13	8	-3
3	1	13	34	-35
3	1	12	66	64
3	1	11	63	-64
3	1	9	26	-25
3	1	8	27	-27
3	1	7	123	-121
3	1	6	106	-104
3	1	5	83	-81
3	1	4	39	-36
3	1	3	136	134
3	1	2	11	-10
3	1	1	37	29
3	1	0	6	7
-3	-1	1	103	98
-3	-1	2	101	-93
-3	-1	3	67	-63
-3	-1	4	91	-87
-3	-1	5	184	-183
-3	-1	6	11	-11
-3	-1	9	98	-99
-3	-1	10	38	-40
-3	-1	11	40	-42
-3	-1	12	10	-11
-3	-1	13	28	29
-3	0	13	28	29
-3	0	12	18	-18
-3	0	11	18	19
-3	0	10	10	10
-3	0	9	51	50
-3	0	8	61	58
-3	0	7	114	112
-3	0	6	40	-40
-3	0	5	38	38
-3	0	4	58	-55
-3	0	3	46	44
-3	0	2	181	191
-3	0	1	18	-13
-3	0	0	11	8
-3	0	2	73	70
-3	0	3	23	-21
-3	0	4	137	134
-3	0	5	38	38
-3	0	6	58	-55
-3	0	7	171	168
-3	0	8	117	118
-3	0	9	23	23
-3	0	10	17	-16
-3	0	12	57	57
-3	-1	12	58	59
-3	-1	11	36	-36
-3	-1	10	63	66
-3	-1	9	34	34
-3	-1	7	72	69
-3	-1	6	120	119
-3	-1	5	44	-42
-3	-1	4	28	28
-3	-1	3	103	100
-3	-1	2	56	54
-3	-1	1	88	91
-3	-1	0	128	-143
-3	-2	1	24	26
-3	-2	2	123	128
-3	-2	3	14	16
-3	-2	4	53	53
-3	-2	5	175	-173
-3	-2	6	171	-171
-3	-2	7	81	79
-3	-2	8	66	-64
-3	-2	9	54	-53
-3	-2	10	59	59
-3	-2	11	109	121
-4	-4	0	102	-118
-4	-4	1	158	-151
-4	-4	2	7	6
-4	-4	3	23	23
-4	-4	4	25	-24
-4	-4	5	79	79
-4	-4	6	76	77
-4	-4	7	61	-60
-4	-4	8	32	32
-4	-4	9	68	65
-4	-4	10	53	51
-4	-4	11	23	21
-4	-4	12	43	-41
-4	-3	12	26	26
-4	-3	10	17	-15
-4	-3	9	64	-64
-4	-3	7	54	-52
-4	-3	6	248	-259
-4	-3	5	24	-22
-4	-3	4	48	49
-4	-3	3	116	-119
-4	-3	0	77	-88
-4	-2	1	70	-72
-4	-2	2	49	48
-4	-2	3	70	-70
-4	-2	4	60	-59
-4	-2	5	89	-85
-4	-2	7	75	72
-4	-2	8	66	-66
-4	-2	9	38	-36
-4	-2	11	21	-21
-4	-2	11	44	43
-4	-2	10	13	12
-4	-2	8	206	208
-4	-2	7	103	100
-4	-2	6	49	-49
-4	-2	5	107	104
-4	-2	4	46	46
-4	-2	3	17	-17
-4	-2	2	82	82
-4	-2	1	129	135
-4	-2	0	88	-97
-4	-1	1	34	36
-4	-1	2	67	67
-4	-1	3	27	26
-4	-1	4	41	41
-4	-1	5	97	-98
-4	-1	6	56	55
-4	-1	7	41	40
-4	-1	8	160	-177
-4	-1	9	22	-21
-4	-1	10	22	-21
-4	-1	11	22	-21
-4	-1	12	16	-15
-4	-1	9	11	9
-4	-1	8	6	-5
-4	-1	7	113	116
-4	-1	6	20	-19
-4	-1	5	36	-36
-4	-1	4	25	25
-4	-1	3	51	53
-4	-1	2	22	-24
-4	-1	1	123	131
-4	-1	0	83	88
-4	-2	1	32	32
-4	-2	2	104	104
-4	-2	3	37	-36
-4	-2	4	147	-148
-4	-2	5	40	-39
-4	-3	1	86	-86
-4	-3	2	42	42
-4	-3	3	29	30
-4	-3	4	58	-58
-4	-3	5	107	-90
-4	-3	6	50	-49
-4	-3	7	64	62
-4	-3	8	67	-65
-4	-3	9	29	-28
-4	-3	10	26	25
-4	-3	11	37	-34
-4	-3	12	35	36
-4	-3	13	26	25
-4	-3	14	11	11
-4	-3	15	12	13
-4	-3	16	42	-42
-4	-3	17	62	-62
-4	-3	18	7	6
-4	-3	19	70	69
-4	-3	20	40	-39

OBSERVED AND CALCULATED STRUCTURE FACTORS FOR (CH3-SN)4SE6 - ADAMANTAN (P1/)

H	K	L	FO	FC
-5	4	4	18	-17
-5	4	3	19	-22
-5	4	2	22	23
-5	4	0	97	113
-5	4	1	64	72
-5	4	3	65	-65
-5	4	4	11	12
-5	4	5	129	127
-5	4	7	25	24
-5	4	8	16	15
-5	4	9	25	-25
-5	4	10	21	-19
-5	4	11	9	5
-5	4	12	79	-82
-5	3	12	108	-107
-5	3	11	71	-76
-5	3	10	54	-61
-5	3	9	37	39
-5	3	8	76	76
-5	3	7	16	-16
-5	3	6	21	-23
-5	3	5	73	-72
-5	3	4	27	-27
-5	3	3	32	33
-5	3	2	58	-59
-5	3	1	79	-82
-5	3	0	114	-107
-5	2	1	37	39
-5	2	2	35	35
-5	2	3	58	59
-5	2	4	108	-107
-5	2	5	79	79
-5	2	6	17	-17
-5	2	7	21	-23
-5	2	8	73	-72
-5	2	9	27	-27
-5	2	10	32	33
-5	2	11	32	33
-5	2	12	31	-29
-5	2	13	19	-19
-5	1	13	7	-7
-5	1	12	95	108
-5	1	11	36	39
-5	1	10	35	35
-5	1	9	58	59
-5	1	8	19	-23
-5	1	7	74	74
-5	1	6	15	-14
-5	1	5	27	-27
-5	1	4	20	-19
-5	1	3	35	35
-5	1	2	58	59
-5	1	1	7	-7
-5	1	0	95	108
-5	0	1	37	39
-5	0	2	58	59
-5	0	3	151	151
-5	0	4	74	74
-5	0	5	15	-14
-5	0	6	27	-27
-5	0	8	58	-54
-5	0	9	71	67
-5	0	10	21	-21
-5	0	11	45	45
-5	0	12	27	28
-5	0	13	28	29
-4	-8	2	15	-16
-4	-8	1	55	57
-4	-8	0	22	24
-4	-7	1	17	-18
-4	-7	2	49	-50
-4	-7	4	15	13
-4	-7	5	31	28
-4	-7	6	34	-32
-4	-7	7	40	-39
-4	-6	8	40	-25
-4	-6	3	67	-68
-4	-6	2	41	-43
-4	-6	0	24	-26
-4	-6	1	29	32
-4	-6	2	51	-54
-4	-6	3	71	-72
-4	-6	4	54	-54
-4	-6	5	33	-33
-4	-5	7	27	28
-4	-6	9	12	-13
-4	-6	10	39	37
-4	-5	10	19	-18
-4	-5	8	12	-13
-4	-5	7	27	28
-4	-5	5	56	55
-4	-5	4	66	68
-4	-5	3	17	-16
-4	-5	2	25	20
-4	-5	3	15	14
-4	-5	4	43	-43
-4	-5	5	21	-20
-4	-5	6	27	24
-4	-5	8	40	-39
-4	-5	9	51	50
-4	-5	10	10	10
-4	-5	12	18	-18
-4	-4	13	24	-25
-4	-4	11	24	-25
-4	-4	10	92	-97
-4	-4	9	11	10
-4	-4	8	40	-40
-4	-4	7	23	-23
-4	-4	6	142	138
-4	-4	5	228	221
-4	-4	4	102	-96
-4	-4	3	53	49
-4	-4	2	190	189
-4	-4	1	32	-31
-4	-4	0	40	33
-4	-4	2	23	-20
-4	-4	3	18	-17
-4	-4	4	132	130
-4	-4	5	66	64
-4	-4	6	24	24
-4	-4	7	68	-68
-4	-4	8	34	-35
-4	-4	9	110	111
-4	-4	10	27	27
-4	-4	11	29	29
-4	-4	12	35	37
-4	-4	13	8	-3
-4	-3	13	34	-35
-4	-3	12	66	64
-4	-3	11	63	-64
-4	-3	9	26	-25
-4	-3	8	27	-27
-4	-3	7	123	-121
-4	-3	6	106	-104
-4	-3	5	83	-81
-4	-3	4	39	-36
-4	-3	3	136	134
-4	-3	2	11	-10
-4	-3	1	37	29
-4	-3	0	6	7
-4	-2	1	103	98
-4	-2	2	101	-93
-4	-2	3	67	-63
-4	-2	4	91	-87
-4	-2	5	184	-183
-4	-2	6	11	-11
-4	-2	9	98	-99
-4	-2	10	38	-40
-4	-2	12	18	-17
-4	-2	13	25	-25
-4	-1	13	17	-18
-4	-1	12	10	-11
-4	-1	11	98	-98
-4	-1	10	58	-53
-4	-1	9	66	-64
-4	-1	7	54	-53
-4	-1	6	97	-89
-4	-1	5	175	-173
-4	-1	4	171	-171
-4	-1	3	81	79
-4	-1	2	57	-59
-4	-1	1	109	121
-4	-1	0	102	-118
-4	-1	1	158	-151
-4	-1	2	7	6
-4	-1	3	23	23
-4	-1	4	25	-24
-4	-1	5	79	79
-4	-1	6	76	77
-4	-1	7	61	-60
-4	-1	8	32	32
-4	-1	9	68	65
-4	-1	10	53	51
-4	-1	11	23	21
-4	-1	12	43	-41
-4	-1	13	26	26
-4	-1	14	17	-15
-4	-1	15	64	-64
-4	-1	16	54	-52
-4	-1	17	248	-259
-4	-1	18	24	-22
-4	-1	19	48	49
-4	-1	20	116	-119
-4	-1	21	70	-88
-4	-1	22	70	-72
-4	-1	23	49	48
-4	-1	24	70	-70
-4	-1	25	60	-59
-4	-1	26	89	-85
-4	-1	27	75	72
-4	-1	28	66	-66
-4	-1	29	38	-36
-4	-1	30	21	-21
-4	-1	31	44	43
-4	-1	32	13	12
-4	-1	33	206	208
-4	-1	34	103	100
-4	-1	35	49	-49
-4	-1	36	107	104
-4	-1	37	26	24
-4	-1	38	58	-58
-4	-1	39	29	-28
-4	-1	40	42	42
-4	-1	41	29	30
-4	-1	42	58	-58
-4	-1	43	107	-90
-4	-1	44	50	-49
-4	-1	45	64	62
-4	-1	46	67	-65
-4	-1	47	29	-28
-4	-1	48	26	25
-4	-1	49	37	-34
-4	-1	50	35	36
-4	-1	51	26	25
-4	-1	52	11	11
-4	-1	53	12	13
-4	-1	54	42	41
-4	-1	55	97	-98
-4	-1	56	56	55
-4	-1	57	41	40
-4	-1	58	160	-177
-4	-1	59	22	-21
-4	-1	60	22	-21
-4	-1	61	22	-21
-4	-1	62	16	-15
-4	-1	63	11	9
-4	-1	64	6	-5
-4	-1	65	113	116
-4	-1	66	20	-19
-4	-1	67	36	-36
-4	-1	68	25	25
-4	-1	69	51	53
-4	-1	70	22	-24
-4	-1	71	123	131
-4	-1	72	83	88
-4	-1	73	32	32
-4	-1	74	104	104
-4	-1	75	37	-36
-4	-1	76	147	-148
-4	-1	77	40	-39
-4	-1	78	86	-86
-4	-1	79	62	-62
-4	-1	80	7	6
-4	-1	81	70	69
-4	-1	82	40	-39

OBSERVED AND CALCULATED STRUCTURE FACTORS FOR (CH3-SN)4SE6 - ADAMANTAN (P1/)

H	K	L	FO	FC
6	0	0	100	-102
-6	0	1	21	-21
-6	0	2	75	75
-6	0	3	13	13
-6	0	4	12	12
-6	0	5	12	-10
-6	0	6	81	78
-6	0	7	59	-58
-6	0	8	31	-30
-6	0	9	42	-43
-6	0	10	84	-84
-6	0	11	25	-24
-6	0	12	9	8
-6	-1	11	59	60
-6	-1	10	79	79
-6	-1	9	38	-38
-6	-1	7	109	108
-6	-1	6	23	-23
-6	-1	5	20	19
-6	-1	4	20	-16
-6	-1	3	19	19
-6	-1	2	27	26
-6	-1	1	117	120
6	1	0	123	125
6	1	1	12	12
6	1	2	74	-71
6	1	3	43	-43
6	1	4	195	195
6	1	5	46	19
6	1	6	42	40
6	1	7	59	57
6	1	8	19	-23
6	1	9	10	-10
6	1	10	31	33
6	1	12	46	-49
6	2	12	12	15
6	2	11	28	27
6	2	9	9	8
6	2	8	20	21
6	2	7	97	-96
6	2	6	95	-93
6	2	5	121	120
6	2	4	215	-223
6	2	3	209	-209
6	2	2	90	88
6	2	1	66	65
6	2	0	34	-33
-6	-2	1	175	172
-6	-2	2	108	100
-6	-2	3	175	-165
-6	-2	4	107	101
-6	-2	5	94	93
-6	-2	6	92	89
-6	-2	7	26	26
-6	-2	8	23	23
-6	-2	9	58	59
-6	-2	10	47	48
-6	-2	11	15	17
-6	-2	12	15	15
-6	-3	11	31	-32
-6	-3	10	65	67
-6	-3	9	29	-29
-6	-3	8	88	-89
-6	-3	7	55	54
-6	-3	6	31	-29
-6	-3	5	118	-113
-6	-3	4	50	49
-6	-3	3	32	-31
-6	-3	2	405	-370
-6	-3	1	125	-126
6	3	0	22	19
6	3	1	177	-191
6	3	2	48	-49
6	3	4	114	-114
6	3	5	78	-77
6	3	6	61	60
6	3	7	33	-31
6	3	8	18	-18
6	3	9	71	-71
6	3	11	68	70
6	3	12	25	-27
6	4	12	126	133
6	4	11	39	40
6	4	10	52	-53
6	4	9	69	70
6	4	8	39	38
6	4	7	8	-8
6	4	6	89	90
6	4	5	120	126
6	4	4	67	-69
6	4	3	74	76
6	4	2	113	120
6	4	1	68	66
6	4	0	37	33
-6	-4	1	118	-119
-6	-4	2	51	50
-6	-4	3	87	88
-6	-4	4	13	13
-6	-4	5	33	-32
-6	-4	6	17	16
-6	-4	7	161	-159
-6	-4	8	93	-90
-6	-4	9	75	78
-6	-4	10	43	-44
-6	-4	12	17	19
-6	-5	10	26	26
-6	-5	9	26	26
-6	-5	8	84	76
-6	-5	6	41	-42
-6	-5	5	7	-5
-6	-5	5	155	158
-6	-5	2	12	10
-6	-5	1	13	-13
6	5	1	19	17
6	5	2	27	-26
6	5	3	83	87
6	5	4	28	31
6	5	5	94	-98
6	5	6	127	133
6	5	7	122	126
6	5	8	47	48
6	5	11	50	-51
6	5	12	23	-22
6	6	12	37	-38
6	6	11	49	-50
6	6	10	52	-53
6	6	7	29	-31
6	6	6	103	-108
6	6	5	47	-49
6	6	4	44	-45
6	6	3	30	31
6	6	2	108	111
6	6	1	20	-20
6	6	0	14	-13
-6	-6	2	38	40
-6	-6	5	95	-97
-6	-6	6	44	-45
-6	-6	5	93	-97
-6	-6	6	103	-107
-6	-6	9	17	-19
-6	-6	10	69	-70
-6	-6	11	21	-22
-6	-7	11	61	-62
-6	-7	9	30	-30
-6	-7	8	35	-36
-6	-7	7	65	66
-6	-7	6	127	134
-6	-7	5	30	-31
-6	-7	4	15	15
-6	-7	3	139	145
-6	-7	1	65	60
6	7	0	25	24
6	7	1	13	-12
6	7	3	77	80
6	7	4	59	61
6	7	5	30	33
6	7	6	38	-39
6	7	7	57	-59
6	7	8	82	87
6	7	9	39	40
6	7	10	21	23
6	7	11	48	49
6	7	12	11	8
6	8	11	53	-54
6	8	10	43	-43
6	8	9	45	47
6	8	8	104	-109
6	8	7	83	-88
6	8	6	84	87
6	8	5	38	40
6	8	4	23	-23
6	8	3	103	106
6	8	1	142	-136
6	8	0	89	85
-6	-8	1	66	64
-6	-8	2	38	36
-6	-8	5	60	62
-6	-8	6	54	56
-6	-8	7	20	21
-6	-8	8	26	26
-6	-8	9	58	59
-6	-8	10	22	-22
-6	-9	9	21	-19
-6	-9	8	23	-24
-6	-9	7	47	-49
-6	-9	6	54	56
-6	-9	5	25	-26
-6	-9	4	81	-82
-6	-9	3	39	37
-6	-9	2	27	-26
-6	-9	1	84	-83
6	9	0	61	59
6	9	1	34	33
6	9	2	258	-250
6	9	3	92	-91
6	9	4	16	-15
6	9	5	98	-101
6	9	6	32	-32
6	9	8	52	-54
6	9	9	34	-34
6	9	10	19	18
6	10	9	45	46
6	10	8	13	-10
6	10	7	42	42
6	10	6	67	71
6	10	5	30	30
6	10	3	44	-41
6	10	2	44	42
6	10	1	37	36
6	11	1	31	-30
-6	-10	2	19	-20
-6	-10	3	104	-103
-6	-10	4	30	-31
-6	-10	5	75	79
-6	-10	6	30	-31
-6	-11	7	19	-19
-6	-11	6	42	40
-6	-11	3	47	47
-6	-11	2	22	22
-6	-11	1	29	-29
6	11	1	74	70
6	11	2	27	24
6	11	3	18	15
6	11	7	19	18
6	12	6	42	40
6	12	5	30	-29
6	12	4	23	-21
6	12	1	57	-53
6	12	0	26	-22
-6	-12	1	59	-56
-6	-12	2	43	-41
-6	-12	3	23	22
-6	-12	5	21	-19
-6	-13	2	71	70
-6	-13	1	17	-16
6	13	0	9	7
6	13	1	64	61
6	13	3	38	37
6	13	4	31	29
6	13	5	53	52
6	13	6	17	17

OBSERVED AND CALCULATED STRUCTURE FACTORS FOR (CH3-SN)4SE6 - ADAMANTAN (P1/)

PAGE 9

H	K	L	FO	FC
5	1	3	18	-16
5	13	2	49	46
5	13	1	15	-15
5	13	0	55	-94
-5	13	1	43	43
-5	-15	2	26	26
-5	-12	4	64	62
-5	-12	2	61	63
-5	-12	1	27	27
5	12	1	10	9
5	12	2	35	33
5	12	3	38	35
5	12	4	28	27
5	12	6	43	-43
5	12	8	43	44
5	11	8	11	7
5	11	6	25	-25
5	11	5	52	-52
5	11	2	37	36
5	11	1	48	46
5	11	0	24	-24
-5	-11	1	23	-23
-5	-11	4	58	-55
-5	-11	5	21	-22
-5	-11	6	53	-53
-5	-11	7	38	-38
-5	-10	8	12	13
-5	-10	7	27	-28
-5	-10	6	9	-11
-5	-10	4	73	74
-5	-10	3	14	14
-5	-10	2	10	-8
5	10	0	10	-12
5	10	1	18	-17
5	10	2	36	33
5	10	3	19	17
5	10	4	80	-79
5	10	5	42	42
5	10	6	70	73
5	10	7	37	38
5	10	8	16	15
5	9	9	45	-47
5	9	8	48	51
5	9	7	30	31
5	9	5	71	73
5	9	4	70	73
5	9	3	51	-53
5	9	2	74	68
-5	-6	6	38	39
-5	-6	5	33	34
-5	-6	2	70	73
-5	-6	1	112	109
5	6	0	32	31
5	6	1	39	-39
5	6	2	68	-70
5	6	3	144	153
5	6	6	71	72
5	6	5	32	32
5	6	6	75	79
5	6	8	21	-23
5	6	9	31	30
5	6	10	23	20
5	6	11	57	-56
5	5	12	21	-23
5	5	10	25	-25
5	5	8	19	-19
5	5	7	52	-52
5	5	6	105	-106
5	5	5	63	-66
5	5	4	8	8
5	5	3	5	-5
5	5	2	11	-10
5	5	1	132	-138
5	5	0	72	-72
-5	-5	1	61	-61
-5	-5	2	41	43
-5	-5	3	63	65
-5	-5	5	20	-19
-5	-5	6	7	-8
-5	-5	7	38	38
-5	-5	8	66	-66
-5	-5	9	26	-25
-5	-5	10	52	-53
-5	-5	11	53	-56
-5	-4	11	22	-24
-5	-4	9	13	-14
-5	-4	8	96	95
-5	-4	6	39	-39
-5	-4	5	11	10
-5	-4	4	9	11
-5	-4	3	29	-27
-5	-4	2	85	84
-5	-4	1	97	103
5	4	0	136	-130
5	4	1	190	203
5	4	2	175	189
-5	-3	6	49	50
-5	-3	5	44	46
-5	-3	4	24	23
-5	-3	3	86	-86
-5	-3	2	127	134
-5	-3	1	30	-31
5	3	0	50	48
5	3	1	263	273
5	3	2	72	69
5	3	3	83	-80
5	3	4	115	113
5	3	5	53	53
5	3	6	34	-33
5	3	7	52	-52
5	3	8	43	42
5	3	9	19	22
5	3	10	73	-74
5	3	11	28	30
-5	-3	2	82	78
-5	-3	3	66	63
-5	-3	4	41	38
-5	-3	6	82	-79
-5	-3	7	17	15
-5	-3	8	43	42
-5	-3	11	19	22
-5	-2	12	73	-74
-5	-2	12	28	30
-5	-2	10	49	-51
-5	-2	9	12	13
-5	-2	8	19	-18
-5	-2	7	256	-260
-5	-2	6	86	-84
-5	-2	5	46	44
-5	-2	4	157	-149
-5	-2	3	35	-31
-5	-2	2	20	-20
-5	-2	1	114	-105
5	2	0	95	-98
5	2	1	47	39
5	2	2	57	-52
5	2	3	62	-58
5	2	4	114	-113
5	2	5	28	-26
5	2	6	136	134
5	2	7	71	-70
5	2	8	68	-68
5	2	10	36	-37
5	2	11	40	-41
5	2	12	74	77
5	1	11	46	48
5	1	10	13	-10
5	1	9	29	29
5	1	8	59	-57
5	1	7	22	23
5	1	6	20	19
5	1	4	15	15
5	1	3	34	32
-5	-1	2	135	-129
5	1	1	75	-74
5	1	0	122	126
-5	-1	1	193	-212
-5	-1	2	163	-170
-5	-1	3	46	45
-5	-1	4	53	51
-5	-1	5	25	-24
-5	-1	6	128	124
-5	-1	7	60	59
-5	-1	8	73	-71
-5	-1	9	54	53
-5	-1	10	49	50
-5	-1	11	46	46
-5	-1	12	14	12
-5	0	12	38	38
-5	0	11	9	-11
-5	0	9	12	-12
-5	0	8	24	23
-5	0	7	35	35
-5	0	6	57	57
-5	0	5	108	108
-5	0	3	38	-39
-5	0	2	11	-11
-5	0	1	180	194
5	0	0	35	35
5	0	1	35	36
5	0	2	68	66
5	0	3	51	-50
5	0	4	33	-31
5	0	5	19	17
5	0	6	10	9
5	0	7	86	-83
5	0	8	52	51
5	0	9	48	47

OBSERVED AND CALCULATED STRUCTURE FACTORS FOR (CH3-SN)4SE6 - ADAMANTAN (P1/)

H	K	L	FO	FC	H	K	L	FO	FC	H	K	L	FO	FC	H	K	L	FO	FC	H	K	L	FO	FC
5	0	10	63	61	-5	3	2	70	-31	5	-6	1	12	12	6	-5	4	35	35	-6	2	6	12	-10
5	0	11	49	50	-5	3	3	64	66	5	-6	3	33	-34	6	-5	5	63	-61	-6	2	7	33	33
5	-1	11	58	-58	-5	3	4	80	82	5	-6	4	45	43	6	-5	6	37	35	-6	2	8	47	-44
5	-1	8	83	-82	-5	3	5	82	-81	5	-6	5	44	43	6	-4	8	27	26	-6	2	9	45	-42
5	-1	7	9	8	-5	3	6	25	25	5	-6	6	55	54	6	-4	7	30	29	-6	2	10	55	-52
5	-1	6	58	-54	-5	3	7	11	8	5	-6	7	30	28	6	-4	6	21	-20	-6	1	10	59	56
5	-1	5	15	-16	-5	3	8	8	6	5	-7	5	17	-14	6	-4	5	24	25	-6	1	8	20	-19
5	-1	3	25	-24	-5	3	10	43	-40	5	-7	6	54	-53	6	-4	4	42	43	-6	1	7	14	14
5	-1	2	130	-134	-5	4	9	35	33	5	-7	2	38	-41	6	-4	2	12	10	-6	1	6	110	108
5	-1	1	53	-53	-5	4	8	61	-59	5	-7	1	26	-27	6	-4	1	57	64	-6	1	5	21	21
-5	1	0	10	7	-5	4	6	8	-8	-5	7	0	10	9	-6	4	0	11	-13	-6	1	4	20	21
-5	1	1	24	-25	-5	4	5	47	-47	-5	7	2	55	-59	-6	4	1	[illegible]	-5	-6	1	3	69	50
-5	1	2	38	39	-5	4	4	55	-56	-5	7	3	16	-14	-6	4	2	191	200	-6	1	2	56	-58
-5	1	3	103	-104	-5	4	2	56	-57	-5	7	6	27	27	-6	4	3	61	62	-6	1	0	8	-10
-5	1	4	90	-90	-5	4	1	62	-67	-5	7	7	24	-23	-6	4	5	58	59	6	-1	2	72	-73
-5	1	5	71	-71	-5	4	0	68	-76	-5	8	5	30	-27	-6	4	6	18	18	6	-1	3	27	27
-5	1	7	11	11	-5	-4	2	83	85	-5	8	3	9	-6	-6	4	7	27	-27	6	-1	4	71	68
-5	1	8	18	18	-5	-4	3	93	-93	-5	8	2	27	-27	-6	4	8	40	39	6	-1	5	93	88
-5	1	9	17	-16	-5	-4	4	50	-49	-5	8	1	14	14	-6	4	9	31	31	6	-1	6	69	66
-5	1	11	37	37	-5	-4	5	18	17	-5	8	0	28	31	-6	3	10	32	31	6	-1	8	31	30
-5	1	12	28	-29	-5	-4	6	23	-23	-5	-8	1	25	-25	-6	3	9	33	-32	6	-1	10	41	38
-5	2	10	32	-31	-5	-4	7	19	-19	-6	7	2	9	-11	-6	3	8	[illegible]	86	6	0	11	33	-31
-5	2	9	25	26	-5	-4	8	95	91	-6	7	3	27	28	-6	3	7	75	73	6	0	10	17	19
-5	2	8	24	23	-5	-4	9	22	23	-6	7	0	35	38	-6	3	6	30	-30	6	0	8	130	-93
-5	2	7	16	-17	-5	-5	7	44	44	6	-7	1	42	45	-6	3	5	9	7	6	0	6	68	67
-5	2	6	72	72	-5	-5	6	11	7	6	-7	2	22	22	-6	3	4	20	-21	6	0	5	9	-7
-5	2	5	59	58	-5	-5	5	28	-29	6	-6	5	18	19	-6	3	3	47	-49	6	0	4	62	-62
-5	2	4	61	-62	-5	-5	4	54	-54	6	-6	4	60	-59	-6	3	1	60	62	6	0	3	75	-73
-5	2	3	181	193	-5	-5	3	13	12	6	-6	3	17	-18	-6	3	0	39	-44	6	0	2	11	11
-5	2	2	130	136	-5	-5	2	10	-6	6	-6	2	32	35	A	-3	2	36	-37	6	0	1	10	-10
-5	2	1	18	-19	-5	5	0	28	31	6	-6	1	12	12	6	-3	4	38	36	6	0	0	22	24
5	-2	1	21	-20	-5	5	1	35	38	-6	6	0	32	-36	6	-3	5	71	-70	-6	0	1	12	13
5	-2	2	87	-89	-5	5	2	43	-43	-6	6	1	35	-38	6	-3	6	34	-36	-6	0	2	32	33
5	-2	4	65	61	-5	5	3	21	-21	-6	6	3	19	-19	6	-3	8	18	-20	-6	0	3	97	-100
5	-2	5	61	-59	-5	5	4	73	74	-6	6	4	15	13	6	-3	9	39	-39	-6	0	4	21	-20
5	-2	6	19	-18	-5	5	5	57	-57	-6	6	5	15	15	6	-2	10	11	5	-6	0	5	69	69
5	-2	7	54	-52	-5	5	6	71	-71	-6	6	6	23	22	6	-2	9	11	13	-6	0	6	108	-106
5	-2	10	51	-49	-5	5	8	18	16	-6	6	7	23	-21	6	-2	8	18	-17	-6	0	8	85	-82
5	-2	11	14	-31	-5	5	9	15	-13	-6	5	7	29	-28	6	-2	7	75	-73	-6	0	9	29	29
5	-3	10	14	13	-5	5	10	41	38	-6	5	6	43	-43	6	-2	6	115	-110	-6	0	11	60	59
5	-3	9	44	41	-5	6	9	41	38	-6	5	5	45	-44	6	-2	5	14	16	-6	-1	11	59	-57
5	-3	7	16	15	-5	6	7	20	-17	-6	5	4	15	-15	6	-2	4	27	-27	-6	-1	10	33	32
5	-3	6	65	63	-5	6	6	19	21	-6	5	3	56	57	6	-2	3	77	-77	-6	-1	9	72	-72
5	-3	5	251	263	-5	6	5	71	71	-6	5	2	71	-74	6	-2	2	12	11	-6	-1	8	12	-12
5	-3	2	99	105	-5	6	4	15	-15	-6	5	1	42	-44	6	-2	1	53	-56	-6	-1	7	21	-22
5	-3	1	34	-38	-5	6	3	12	12	-6	5	0	16	19	-6	2	0	20	-22	-6	-1	6	59	-57
-5	3	0	89	101	-5	6	1	41	-43	6	-5	1	19	-20	-6	2	1	105	-110	-6	-1	5	69	-67
-5	3	1	35	36	-5	6	0	7	-8	6	-5	3	92	91	-6	2	4	9	-8	-6	-1	4	8	-5

OBSERVED AND CALCULATED STRUCTURE FACTORS FOR (CH3-SN)4SE6 - ADAMANTAN (P1/)

H	K	L	FO	FC	H	K	L	FO	FC	H	K	L	FO	FC	H	K	L	FO	FC	H	K	L	FO	FC
-6	-1	3	44	-45	6	3	2	18	-17	6	6	11	26	25	6	A	1	31	-30	6	11	4	17	15
-6	-1	2	74	-75	6	3	3	82	76	6	6	10	45	43	6	8	0	93	93	6	11	5	55	55
-6	-1	1	98	-104	6	3	4	51	-48	6	6	9	25	-24	-6	-8	1	68	66	6	11	8	25	27
6	1	0	56	-56	6	3	5	34	-32	6	6	8	35	-35	-6	-8	2	80	-82	6	12	5	65	-63
6	1	1	147	152	6	3	6	82	-79	6	6	7	47	-46	-6	-8	3	87	87	6	12	4	21	-19
6	1	2	108	-103	6	3	7	29	-27	6	6	6	10	9	-6	-8	4	42	44	6	12	3	32	31
6	1	3	109	-103	6	3	8	21	21	6	6	5	14	14	-6	-8	5	20	21	6	12	2	92	-91
6	1	4	26	25	6	3	9	69	-70	6	6	4	27	-28	-6	-8	6	20	-21	6	12	1	43	-42
6	1	5	53	-49	6	3	10	47	-47	6	6	1	138	-143	-6	-8	7	32	-33	6	12	0	60	59
6	1	6	59	-55	6	4	11	64	-65	6	6	0	43	-44	-6	-8	8	10	11	-6	-12	1	25	22
6	1	7	134	128	6	4	10	59	-60	-6	-6	1	69	68	-6	-8	9	20	21	-6	-12	3	62	60
6	1	8	80	79	6	4	9	41	38	-6	5	5	45	-44	-6	-9	9	46	47	-6	-12	5	40	-41
6	1	9	63	-62	6	4	8	11	-12	-6	5	4	15	-15	-6	-9	7	26	-28	-6	-13	1	52	-51
6	1	10	53	49	6	4	7	51	-50	-6	-6	4	62	62	-6	-9	5	14	-13	6	13	0	21	-20
6	1	11	32	33	6	4	6	9	9	-6	-6	5	45	45	-6	-9	4	17	-18	6	13	2	63	-61
6	2	10	26	-25	6	4	5	40	-39	-6	-6	7	101	103	-6	-9	3	32	32	6	13	3	33	-32
6	2	9	27	28	6	4	3	10	-8	-6	-6	8	14	15	-6	-9	2	52	50	7	13	3	36	-36
6	2	8	59	57	6	4	2	33	-33	-6	-6	9	47	-46	-6	-9	1	96	-96	7	13	2	41	41
6	2	7	11	-8	6	4	1	138	-148	-6	-6	10	45	45	6	9	0	70	69	7	13	1	20	19
6	2	6	29	27	6	4	0	31	-31	-6	-7	10	18	17	6	9	1	117	114	7	13	0	10	-13
6	2	5	114	109	-6	-4	1	7	9	-6	-7	9	12	10	6	9	2	44	43	-7	-13	1	49	48
6	2	4	20	18	-6	-4	3	18	18	-6	-7	8	143	-148	6	9	3	37	36	-7	-12	3	61	-61
6	2	3	63	59	-6	-4	4	104	-100	-6	-7	7	81	-82	6	9	5	43	-44	-7	-12	2	31	-32
6	2	2	333	340	-6	-4	5	60	-57	-6	-7	6	26	25	6	9	6	25	-25	7	12	2	63	-62
6	2	1	73	70	-6	-4	6	49	-47	-6	-7	5	101	-103	6	9	7	29	29	7	12	3	63	-62
6	2	0	66	-68	-6	-4	7	28	26	-6	-7	4	[illegible]	-29	6	9	9	25	-24	7	12	4	74	72
-6	-2	1	108	107	-6	-4	8	14	13	-6	-7	3	50	-50	6	9	10	50	-52	7	12	6	61	-60
-6	-2	2	61	59	-6	-4	10	26	-26	-6	-7	2	76	-77	6	10	9	11	-13	7	11	7	25	-27
-6	-2	3	54	-50	-6	-5	11	15	15	-6	-7	1	74	-72	6	10	7	18	-18	7	11	6	23	-25
-6	-2	4	98	96	-6	-5	8	39	38	6	7	1	18	-17	6	10	6	36	-37	7	11	4	11	9
-6	-2	5	75	72	-6	-5	7	37	36	6	7	2	27	-25	6	10	5	63	-66	7	11	3	21	-18
-6	-2	6	100	-97	-6	-5	6	97	97	6	7	3	79	-85	6	10	2	16	16	7	11	2	38	-37
-6	-2	7	47	45	-6	-5	5	19	19	6	7	4	69	-53	6	10	1	20	-19	7	11	0	81	-81
-6	-2	8	14	15	-6	-5	4	25	-24	6	7	5	123	130	6	10	0	68	-67	-7	-11	2	25	25
-6	-2	9	15	13	-6	-5	3	35	-34	6	7	6	27	-29	-6	-10	1	12	-13	-7	-11	3	87	86
-6	-2	11	31	-33	-6	-5	2	150	155	6	7	7	67	-69	-6	-10	2	15	-14	-7	-11	4	38	-38
-6	-3	11	33	-35	-6	-5	1	81	80	6	7	8	19	19	-6	-10	3	43	41	-7	-11	5	63	44
-6	-3	10	16	17	6	5	0	32	31	6	7	9	37	-38	-6	-10	4	25	27	-7	-11	6	20	21
-6	-3	8	19	-19	6	5	1	89	94	6	7	10	54	-56	-6	-10	5	8	-9	-7	-10	7	51	54
-6	-3	7	44	44	6	5	2	20	-21	6	7	11	62	62	-6	-10	6	28	-28	-7	-10	6	25	26
-6	-3	6	52	51	6	5	3	23	-20	6	8	10	23	22	-6	-11	6	17	17	-7	-10	5	9	-10
-6	-3	5	96	-91	6	5	4	19	18	6	8	9	65	67	-6	-11	4	22	22	-7	-10	4	26	-26
-6	-3	4	165	156	6	5	5	22	22	6	8	8	25	25	-6	-11	3	28	30	-7	-10	3	67	68
-6	-3	3	177	168	6	5	6	92	-93	6	8	7	57	59	-6	-11	2	60	59	-7	-10	2	65	64
-6	-3	2	13	10	6	5	8	36	35	6	8	6	192	206	-6	-11	1	29	30	7	10	0	63	64
-6	-3	1	37	35	6	5	9	49	48	6	8	4	67	-71	6	11	1	49	-49	7	10	4	29	29
6	3	0	25	-24	6	5	10	58	59	6	8	3	76	78	6	11	2	67	64	7	10	5	52	-54
6	3	1	89	-89	6	5	11	22	22	6	8	2	58	59	6	11	3	58	54	7	10	6	26	-27

OBSERVED AND CALCULATED STRUCTURE FACTORS FOR (CH3-SN)4SE6 - ADAMANTAN (PT/)

H	K	L	FO	FC	H	K	L	FO	FC	H	K	L	FO	FC	H	K	L	FO	FC	H	K	L	FO	FC
7	10	7	10	11	-7	-6	8	26	-24	7	4	3	56	55	7	1	4	50	46	-7	1	10	27	26
7	9	9	25	-26	-7	-6	7	48	-48	7	4	4	80	77	7	1	3	66	62	-7	2	8	29	29
7	9	8	44	43	-7	-6	6	46	-45	7	4	5	88	85	7	1	1	17	19	-7	2	7	37	-38
7	9	7	8	-7	-7	-6	5	23	-23	7	4	6	12	11	7	1	0	107	111	-7	2	3	26	-27
7	9	6	25	-26	-7	-6	4	18	-18	7	4	7	22	24	-7	-1	1	11	-11	-7	2	2	13	13
7	9	2	11	-9	-7	-6	3	44	-44	7	4	9	38	37	-7	-1	2	45	46	-7	2	1	62	63
7	9	1	29	-29	-7	-6	2	81	-83	7	4	10	56	56	-7	-1	3	258	266	-7	2	0	67	77
7	9	0	92	-91	-7	-6	1	73	-76	7	4	11	36	36	-7	-1	4	43	42	7	-2	1	53	57
-7	-9	3	22	23	7	6	0	140	141	7	3	10	43	43	-7	-1	5	31	-29	7	-2	3	33	34
-7	-9	5	52	-52	7	6	1	47	-47	7	3	7	45	-43	-7	-1	6	62	59	7	-2	4	7	-6
-7	-9	6	19	-18	7	6	2	103	-110	7	3	6	108	-104	-7	-1	7	18	18	7	-2	5	35	33
-7	-9	7	16	-14	7	6	3	27	28	7	3	5	127	-124	-7	-1	8	60	-59	7	-2	6	64	64
-7	-9	8	23	24	7	6	4	50	-53	7	3	4	54	50	-7	-1	9	54	54	7	-2	7	23	22
-7	-8	8	17	17	7	6	5	78	-80	7	3	3	27	-26	-7	-1	10	21	22	7	-3	8	16	-15
-7	-8	7	25	27	7	6	6	102	105	7	3	2	72	-65	-7	0	10	28	-26	7	-3	6	61	39
-7	-8	6	87	-90	7	6	7	97	100	7	3	1	12	12	-7	0	9	21	-19	7	-3	5	13	12
-7	-8	5	52	53	7	6	8	53	-54	7	3	0	39	-38	-7	0	8	25	-23	7	-3	4	9	10
-7	-8	4	105	110	7	6	9	45	46	-7	-3	2	20	17	-7	0	7	52	-50	7	-3	2	70	-70
-7	-8	3	17	18	7	6	10	52	52	-7	-3	4	127	-119	-7	0	6	61	-60	7	-3	1	105	-118
-7	-8	2	42	43	7	5	10	50	-50	-7	-3	7	10	10	-7	0	5	47	-45	-7	3	0	17	19
7	8	0	47	-48	7	5	9	17	-17	-7	-3	8	17	18	-7	0	4	94	95	-7	3	1	29	-31
7	8	1	42	48	7	5	8	25	-23	-7	-3	9	44	-44	-7	0	3	79	-81	-7	3	2	55	-58
7	8	3	7	-7	7	5	7	104	-102	-7	-3	10	32	-32	-7	0	2	91	-96	-7	3	3	13	11
7	8	4	23	-24	7	5	6	46	43	-7	-2	10	41	-42	-7	0	1	25	26	-7	3	4	33	-33
7	8	5	66	-73	7	5	5	59	59	-7	-2	9	71	67	7	0	0	42	-47	-7	3	5	24	-24
7	8	6	41	-40	7	5	4	27	-28	-7	-2	8	95	93	7	0	1	42	-44	-7	3	6	20	20
7	8	7	23	25	7	5	3	71	-74	-7	-2	7	18	-17	7	0	2	129	132	-7	3	8	59	-58
7	8	8	55	-57	7	5	2	55	-58	-7	-2	6	29	27	7	0	3	104	105	-7	4	8	17	-17
7	8	9	48	-49	7	5	1	8	-8	-7	-2	5	27	-25	7	0	4	87	-83	-7	4	7	10	11
7	7	9	15	-14	-7	-5	1	8	10	-7	-2	4	53	-51	7	0	5	58	56	-7	4	6	35	35
7	7	8	34	33	-7	-5	2	24	-23	-7	-2	2	74	73	7	0	6	53	51	-7	4	5	19	-19
7	7	7	56	55	-7	-5	4	111	-110	-7	-2	1	31	-32	7	0	7	22	-21	-7	4	4	11	9
7	7	6	11	12	-7	-5	5	7	-5	7	2	0	15	-13	7	0	8	24	-22	-7	4	3	12	-14
7	7	5	28	33	-7	-5	6	36	35	7	2	1	62	-60	7	0	10	15	-13	-7	4	2	10	-10
7	7	4	100	105	-7	-5	7	94	-91	7	2	2	40	-38	7	-1	9	27	-26	-7	4	1	44	49
7	7	3	17	19	-7	-5	8	57	-55	7	2	3	70	66	7	-1	8	25	21	-7	4	0	55	-62
7	7	2	78	83	-7	-5	9	29	27	7	2	4	101	-97	7	-1	7	20	19	7	-4	1	29	-32
7	7	1	253	265	-7	-5	10	27	28	7	2	5	67	-62	7	-1	6	38	-37	7	-4	2	14	15
-7	-7	1	65	-63	-7	-4	10	12	13	7	2	8	13	11	7	-1	4	7	-6	7	-4	3	20	-20
-7	-7	2	71	73	-7	-4	9	14	-15	7	2	9	29	-28	7	-1	3	118	-119	7	-4	4	45	-46
-7	-7	3	28	28	-7	-4	7	94	91	7	2	8	49	-48	7	-1	1	51	55	7	-4	5	22	23
-7	-7	4	39	-43	-7	-4	6	57	54	7	2	9	41	39	-7	1	1	69	-73	7	-4	6	60	-57
-7	-7	5	78	79	-7	-4	5	21	19	7	2	10	48	-47	-7	1	2	48	-50	7	-5	4	43	44
-7	-7	6	30	33	-7	-4	3	74	73	7	1	10	52	-51	-7	1	4	25	-25	7	-5	3	31	32
-7	-7	7	63	-64	-7	-4	3	43	-34	7	1	8	68	64	-7	1	5	23	22	7	-5	2	51	53
-7	-7	8	40	39	-7	-4	2	7	-3	7	1	7	30	29	-7	1	6	9	6	-7	5	0	27	28
-7	-7	9	15	15	7	4	1	78	-82	7	1	6	31	29	-7	1	7	20	20	-7	5	1	26	28
-7	-6	10	50	-53	7	4	2	25	-25	7	1	8	27	-26	-7	1	8	48	-45	-7	5	4	43	42

OBSERVED AND CALCULATED STRUCTURE FACTORS FOR (CH3-SN)4SE6 - ADAMANTAN (PT/)

H	K	L	FO	FC	H	K	L	FO	FC	H	K	L	FO	FC	H	K	L	FO	FC	H	K	L	FO	FC
-7	5	5	18	-18	-8	1	8	29	32	-8	-2	1	50	52	-8	-5	1	49	-52	-8	-8	5	73	-74
-7	6	2	52	55	8	-1	1	43	51	-8	-2	2	31	-32	8	5	0	68	-70	-8	-8	6	13	15
-7	6	1	27	25	8	-1	2	24	-26	-8	-2	3	50	-47	8	5	1	99	108	-8	-8	7	10	6
-7	6	0	48	-51	8	-1	3	23	-24	-8	-2	4	11	11	8	5	2	122	130	-8	-8	8	17	17
7	-6	1	22	22	8	-1	4	16	-16	-8	-2	5	21	-20	8	5	3	67	-68	-8	-9	7	45	46
7	-6	3	23	-23	8	-1	5	13	-13	-8	-2	6	23	-18	8	5	4	51	50	-8	-9	5	51	52
-8	5	3	19	18	8	-1	7	29	27	-8	-2	7	29	27	8	5	5	82	81	-8	-9	2	21	22
-8	5	2	13	-13	8	-1	8	31	27	-8	-2	9	62	-61	8	5	10	8	-9	-8	-9	1	19	17
-8	5	1	32	-35	8	0	7	43	41	-8	-2	10	14	12	8	6	9	73	-71	8	9	0	44	-46
-8	5	0	14	15	8	0	8	63	61	-8	-1	9	40	41	8	6	8	12	13	8	9	1	42	-43
8	-5	1	42	-45	8	0	5	77	-75	-8	-1	8	26	-25	8	6	7	66	66	8	9	2	18	19
8	-5	2	90	-94	8	0	3	73	73	-8	-1	6	12	13	8	6	6	10	-9	8	9	3	30	32
8	-4	4	23	22	8	0	2	40	42	-8	-1	4	33	-31	8	6	3	47	48	8	9	4	57	60
8	-4	3	23	-22	8	0	1	35	37	-8	-1	3	28	-25	8	6	2	59	63	8	9	5	11	14
8	-4	1	24	25	-8	0	1	43	44	-8	-1	2	59	55	8	6	1	22	24	8	9	8	21	21
-8	4	0	15	15	-8	0	2	40	42	-8	-1	1	73	73	8	6	0	22	23	8	10	7	28	-29
-8	4	3	45	-45	-8	0	3	16	16	8	3	0	72	79	-8	-6	1	99	106	8	10	6	60	-62
-8	4	4	72	-73	-8	0	5	69	69	8	3	1	16	-15	-8	-6	3	75	73	8	10	5	46	48
-8	4	5	18	18	-8	0	6	23	-22	8	3	2	26	24	-8	-6	4	196	202	8	10	4	28	30
-8	4	6	23	-22	-8	0	7	26	24	8	3	4	32	28	-8	-6	6	34	-32	8	10	3	32	-34
-8	3	6	37	36	-8	0	8	129	124	8	3	5	94	87	-8	-6	7	62	61	8	10	2	52	-52
-8	3	5	43	43	-8	0	9	18	17	8	3	6	39	36	-8	-6	8	13	12	8	10	1	30	-31
-8	3	4	32	31	-8	-1	9	21	-20	8	3	9	34	33	-8	-6	9	31	-30	-8	-10	2	9	-8
-8	3	3	23	-24	-8	-1	7	42	38	8	4	10	48	48	-8	-7	9	67	67	-8	-10	3	31	-32
-8	3	2	24	24	-8	-1	6	12	-10	8	4	9	13	-12	-8	-7	7	29	28	-8	-10	5	64	-64
8	-3	1	57	66	-8	-1	4	21	-23	8	4	8	27	-26	-8	-7	5	32	-32	-8	-11	1	14	-13
8	-3	3	8	-9	-8	-1	3	34	-33	8	4	7	24	22	-8	-7	3	46	46	-8	-11	3	43	-43
8	-3	4	19	19	-8	-1	2	75	78	8	4	5	66	-64	-8	-7	1	13	-12	-8	-11	2	52	-53
8	-3	5	35	35	-8	-1	1	74	-79	8	4	4	16	-15	8	7	0	54	-55	-8	-11	1	72	74
8	-2	7	22	-21	8	1	0	55	-60	8	4	3	33	-30	8	7	1	50	-51	8	11	1	66	-65
8	-2	6	43	41	8	1	1	26	27	8	4	2	132	-130	8	7	2	59	63	8	11	2	20	20
8	-2	3	16	17	8	1	2	28	-28	8	4	1	38	38	8	7	3	70	-74	8	11	3	29	-29
8	-2	2	25	27	8	1	3	58	-58	8	4	0	47	50	8	7	4	65	-68	8	11	4	62	-63
8	-2	1	31	-33	8	1	4	49	46	-8	-4	1	19	-18	8	7	6	31	-31	8	11	5	48	50
-8	2	0	9	-11	8	1	5	66	-62	-8	-4	2	90	-85	8	7	7	42	-43	8	11	6	64	68
-8	2	2	56	-59	8	1	6	174	-170	-8	-4	4	42	-39	8	7	8	47	47	8	12	5	15	15
-8	2	4	29	33	8	1	7	24	-21	-8	-4	6	27	-24	8	7	9	20	-20	8	12	4	17	19
-8	2	6	50	-49	8	1	8	19	-19	-8	-4	5	17	-14	8	8	9	32	31	8	12	3	57	56
-8	2	7	18	-19	8	1	9	44	-42	-8	-4	7	14	-12	8	8	7	22	-21	8	12	1	53	54
-8	2	8	14	-15	8	2	9	16	14	-8	-4	9	52	-51	8	8	6	44	-45	8	12	0	114	115
-8	1	9	17	16	8	2	8	29	-28	-8	-4	10	12	8	8	8	5	80	-83	-8	-12	1	24	-23
-8	1	8	39	-39	8	2	7	29	-26	-8	-5	8	35	-34	8	8	4	61	-65	-8	-12	2	34	-33
-8	1	7	60	-58	8	2	5	57	53	-8	-5	7	55	-53	8	8	3	60	64	-8	-12	3	38	38
-8	1	5	30	-31	8	2	4	21	19	-8	-5	6	58	-56	8	8	2	15	-15	-8	-12	1	28	-32
-8	1	4	19	-19	8	2	3	17	-15	-8	-5	5	91	86	8	8	1	37	-35	9	12	0	34	-35
-8	1	3	78	81	8	2	2	32	-31	-8	-5	4	49	-39	-8	-8	1	9	-8	9	12	1	32	36
-8	1	2	71	74	8	2	1	106	-110	-8	-5	3	111	-106	-8	-8	3	14	15	9	12	2	30	-30
-8	1	1	64	-67	8	2	0	126	-137	-8	-5	2	25	25	-8	-8	4	16	-14	9	12	3	46	-46

OBSERVED AND CALCULATED STRUCTURE FACTORS FOR (CH3-SN)4SE6 - ADAMANTAN (P1/)

H	K	L	FO	FC	H	K	L	FO	FC	H	K	L	FO	FC	H	K	L	FO	FC	H	K	L	FO	FC
9	11	3	9	8	-9	-7	8	26	25	9	3	2	16	16	9	0	7	29	-26	10	1	3	14	-14
9	11	2	29	29	-9	-6	8	23	23	9	3	1	18	17	9	-1	6	69	-67	10	1	4	67	67
9	11	1	44	43	-9	-6	5	23	-23	9	3	0	53	-58	9	-1	5	24	25	10	1	5	54	53
9	11	0	22	22	-9	-6	4	43	-41	-9	-3	2	29	-26	9	-1	4	52	51	10	2	6	24	-23
-9	-11	1	16	16	-9	-6	3	72	71	-9	-3	3	103	-98	9	-1	2	44	46	10	2	4	42	-39
-9	-11	2	55	56	-9	-6	2	56	-56	-9	-3	4	12	12	9	-1	1	59	64	10	2	3	57	-55
-9	-11	4	50	51	-9	-6	1	65	-69	-9	-3	5	32	29	-9	1	0	60	-67	10	2	2	40	-41
-9	-10	4	64	-67	9	6	0	25	27	-9	-3	7	61	-57	-9	1	1	15	16	10	2	0	34	37
-9	-10	3	15	15	9	6	1	30	-30	-9	-3	8	15	-14	-9	1	2	50	52	-10	-2	4	20	19
-9	-10	2	29	-29	9	6	2	48	51	-9	-2	7	35	33	-9	1	3	34	35	-10	-2	5	38	-37
-9	-10	1	58	-57	9	6	3	55	57	-9	-2	6	48	45	-9	1	4	24	25	-10	-3	7	25	-24
9	10	0	50	52	9	6	4	25	-26	-9	-2	5	45	44	-9	1	6	23	24	-10	-3	5	52	48
9	10	1	83	85	9	6	5	167	-170	-9	-2	4	24	-23	-9	1	7	21	20	-10	-3	2	23	-21
9	10	2	36	-37	9	6	6	42	-41	9	2	0	87	91	-9	2	6	35	-33	10	3	1	23	25
9	10	4	60	65	9	6	7	24	-23	9	2	1	15	17	-9	2	4	31	31	10	3	2	54	52
9	10	5	14	11	9	6	8	56	-54	9	2	2	10	-7	-9	2	3	19	-20	10	3	4	53	-49
9	10	6	20	19	9	5	8	40	38	9	2	3	11	11	-9	2	2	15	-15	10	3	5	17	-14
9	9	7	27	-26	9	5	7	16	-15	9	2	4	42	39	-9	2	1	19	-19	10	3	6	76	69
9	9	6	15	14	9	5	6	60	56	9	2	5	8	-6	-9	2	0	16	14	10	4	7	63	61
9	9	4	52	-56	9	5	5	45	44	9	2	6	32	31	9	-2	2	24	26	10	4	6	53	-51
9	9	2	41	-42	9	5	4	103	-100	9	2	7	12	11	9	-2	3	34	36	10	4	5	77	-72
9	9	1	79	-80	9	5	3	33	31	9	2	8	11	-11	9	-2	5	40	-40	10	4	4	51	47
9	9	0	42	42	9	5	2	75	77	9	1	7	23	-21	9	-3	3	36	-37	10	4	3	46	42
-9	-9	1	25	26	9	5	1	29	31	9	1	6	10	10	9	-3	2	15	-15	10	4	2	22	-19
-9	-9	2	27	-30	9	5	0	19	22	9	1	5	36	34	9	-3	1	25	26	10	4	1	73	67
-9	-9	3	60	-60	-9	-5	2	43	41	9	1	3	28	28	-9	3	1	10	-7	10	4	0	46	47
-9	-9	4	20	-22	-9	-5	3	48	46	9	1	2	37	-36	-9	3	3	24	24	-10	-4	1	91	-85
-9	-9	5	22	-24	-9	-5	4	28	26	9	1	1	9	-8	-9	3	4	22	-22	-10	-4	2	39	36
-9	-8	7	20	23	-9	-5	5	9	9	9	1	0	36	38	-10	1	4	97	-99	-10	-4	3	62	57
-9	-8	5	22	-17	-9	-5	6	70	65	-9	-1	1	26	26	-10	1	1	37	-39	-10	-4	4	33	30
-9	-8	4	36	-37	-9	-5	7	21	-18	-9	-1	2	17	-19	10	-1	2	20	-20	-10	-4	5	18	17
-9	-8	2	36	37	-9	-5	8	44	41	-9	-1	4	74	-74	10	-1	3	19	-18	-10	-4	6	17	19
-9	-8	1	56	58	-9	-4	8	68	-66	-9	-1	5	82	-83	10	0	4	28	29	-10	-4	7	22	19
9	8	2	10	-8	-9	-4	7	14	15	-9	-1	6	36	34	10	0	3	45	46	-10	-5	7	22	-22
9	8	4	67	73	-9	-4	6	36	-35	-9	-1	7	24	-24	10	0	2	36	-36	-10	-5	6	52	-50
9	8	5	35	36	-9	-4	5	39	-36	-9	-1	8	23	-22	10	0	1	11	12	-10	-5	5	33	30
9	8	8	23	23	-9	-4	4	74	68	-9	0	7	50	49	10	0	0	20	20	-10	-5	4	19	-18
9	7	7	12	14	-9	-4	3	99	91	-9	0	6	37	-37	-10	0	1	14	-9	-10	-5	3	40	-36
9	7	6	28	-27	-9	-4	2	56	-51	-9	0	5	43	-43	-10	0	2	17	16	-10	-5	2	43	40
9	7	4	40	41	-9	-4	1	25	24	-9	0	4	30	30	-10	0	3	25	-27	-10	-5	1	22	-20
9	7	3	13	13	9	4	0	76	81	-9	0	3	18	-17	-10	0	5	17	17	10	5	0	149	-168
9	7	2	33	-35	9	4	1	11	-8	-9	0	2	40	-42	-10	-1	5	61	61	10	5	1	39	-40
9	7	1	33	-36	9	4	3	19	-16	-9	0	1	30	31	-10	-1	3	15	-14	10	5	2	14	-13
9	7	0	92	-95	9	4	6	27	26	9	0	0	44	-49	-10	-1	2	13	15	10	5	3	67	-64
-9	-7	1	68	-74	9	4	7	41	39	9	0	1	154	-167	-10	-1	1	27	28	10	5	4	17	-14
-9	-7	2	59	62	9	3	8	52	-48	9	0	2	12	-14	10	1	8	8	-7	10	5	6	37	-33
-9	-7	3	19	-23	9	3	7	36	-35	9	0	4	48	-49	10	1	1	30	30	10	6	7	46	44
-9	-7	4	26	-25	9	3	5	65	59	9	0	5	14	-9	10	1	2	13	14	10	6	6	29	-28

OBSERVED AND CALCULATED STRUCTURE FACTORS FOR (CH3-SN)4SE6 - ADAMANTAN (P1/)

H	K	L	FO	FC	H	K	L	FO	FC	H	K	L	FO	FC	H	K	L	FO	FC	H	K	L	FO	FC
10	6	5	23	23	10	8	3	17	-19	-10	-10	3	22	23	-11	-7	1	25	28	11	4	4	16	-13
10	6	4	40	39	10	8	2	19	-20	-10	-10	4	34	35	-11	-7	3	18	-16	11	3	4	39	-36
10	6	2	10	12	-10	-8	1	48	-51	-10	-11	1	15	15	-11	-6	4	16	-15	11	3	3	25	-24
10	6	1	34	-35	-10	-8	3	39	-39	10	11	0	21	-21	11	6	0	19	20	11	3	2	62	61
-10	-6	1	33	33	-10	-8	4	62	-63	10	11	1	33	-35	11	6	2	29	-30	11	3	1	47	-50
-10	-6	2	20	20	-10	-8	6	19	18	10	11	2	39	40	11	6	3	51	52	11	3	0	54	-58
-10	-6	3	33	-32	-10	-9	5	36	36	11	9	3	44	49	11	6	4	58	56	-11	-3	1	30	32
-10	-6	4	9	-13	-10	-9	4	57	60	11	9	2	29	31	11	6	5	34	32	-11	-3	2	32	33
-10	-6	5	72	-69	-10	-9	3	25	-26	11	9	0	53	56	11	5	3	46	42	-11	-3	3	15	-15
-10	-6	6	46	-45	-10	-9	1	60	64	-11	-9	2	56	-62	11	5	2	49	46	-11	-3	4	54	53
-10	-6	7	40	38	10	9	0	10	10	-11	-8	3	13	-13	11	5	1	44	-44	-11	-2	4	12	12
-10	-7	6	36	35	10	9	5	17	17	-11	-8	1	14	14	11	5	0	23	24	-11	-2	3	42	43
-10	-7	5	69	74	10	9	6	35	35	11	8	1	67	67	-11	-5	1	25	23	-11	-2	2	8	5
10	7	0	23	23	10	10	5	42	44	11	8	2	21	25	-11	-5	4	26	-26	-11	-2	1	34	-36
10	7	3	22	24	10	10	4	12	10	11	8	3	35	-37	-11	-4	5	106	-100	11	2	1	64	67
10	7	5	22	23	10	10	3	69	-74	11	8	4	29	-29	-11	-4	4	29	-26	11	1	1	19	-21
10	7	7	28	-25	10	10	2	37	38	11	7	3	40	-41	-11	-4	2	53	-50	11	1	0	14	14
10	8	6	17	-17	10	10	1	51	54	11	7	2	38	-41	11	4	0	16	-18	-11	-1	1	26	-27
10	8	5	23	24	10	10	0	13	10	11	7	1	21	-22	11	4	1	29	-28	-11	-1	2	38	-40
10	8	4	43	45	-10	-10	1	11	8	11	7	0	27	29	11	4	2	24	-22					

II. Normalkoordinatenanalyse

a) Hexamethyltrichalkogenatristanninane

```
Z-MATRIX
HEXAMETHYLTRITHIA-TRISTANNINAN
   SCHWINGUNGSBERECHNUNG

  1   1   1  1.0000    2   2   2  1.0000    3   3   3  1.0000    4   4   3  1.0000
  5   5   2  1.0000    6   6   1  1.0000    7   7   4  1.0000    8   8   5  1.0000
  9   9   6  1.0000   10  10   6  1.0000   11  11   4  1.0000   12  12   5  1.0000
 13  13   7  1.0000   14  14   8  1.0000   15  15   7  1.0000   16  16   8  1.0000
 17  17   7  1.0000   18  18   8  1.0000   19  19   9  1.0000   20  20   9  1.0000
 21  21   9  1.0000   22  22   9  1.0000   23  23   9  1.0000   24  24   9  1.0000
 25  25   9  1.0000   26  26   9  1.0000   27  27   9  1.0000   28  28   9  1.0000
 29  29   9  1.0000   30  30   9  1.0000   31  31  10  1.0000   32  32  10  1.0000
 33  33  10  1.0000   34  34  11  1.0000   35  35  11  1.0000   36  36  11  1.0000
 37  37  11  1.0000   38  38  11  1.0000   39  39  11  1.0000   40  40  12  1.0000
 41  41  12  1.0000   42  42  12  1.0000   43  43  12  1.0000   44  44  12  1.0000
 45  45  12  1.0000   46  46  12  1.0000   47  47  12  1.0000   48  48  12  1.0000
 49  49  12  1.0000   50  50  12  1.0000   51  51  12  1.0000    1   2  13  1.0000
  2   3  13  1.0000    3   4  13  1.0000    4   5  13  1.0000    5   6  13  1.0000
  1   6  13  1.0000    1   7  14  1.0000    1   8  14  1.0000    2   7  14  1.0000
  2   8  14  1.0000    3   9  14  1.0000    3  10  14  1.0000    4   9  14  1.0000
  4  10  14  1.0000    5  11  14  1.0000    5  12  14  1.0000    6  11  14  1.0000
  6  12  14  1.0000    7   8  15  1.0000    9  10  15  1.0000   11  12  15  1.0000


    MATRIX-PROBLEM      1. NOAT=  12    51 INTERNE KOORDINATEN.
HEXAMETHYLTRITHIA-TRISTANNINAN    DATEN AUS PLFOUR

 X-MATRIX

S1        1   1     0.          2   1     2.427255    3   1    -0.000813
SN2*      1   2     1.719239    2   2     0.921953    3   2     0.778609
S2*       1   3     1.781527    2   3    -0.956501    3   3    -0.778152
SN1       1   4     0.001372    2   4    -2.350415    3   4    -0.000100
S2        1   5    -1.780136    2   5    -0.961031    3   5     0.777895
SN2       1   6    -1.722003    2   6     0.918739    3   6    -0.777439
C3*       1   7     1.325682    2   7     0.167433    3   7     2.800491
C2*       1   8     3.569933    2   8     2.005284    3   8     0.416341
C1        1   9     0.620541    2   9    -3.504516    3   9     1.674057
C1*       1  10    -0.613518    2  10    -3.504608    3  10    -1.676248
C3        1  11    -1.326780    2  11     0.166627    3  11    -2.799893
C2        1  12    -3.575088    2  12     1.997698    3  12    -0.414350
         -1   0     0.          0   0     0.          0   0     0.


    MATRIX-PROBLEM      2. NOAT=  12    51 INTERNE KOORDINATEN.
HEXAMETHYLTRISELENA-TRISTANNINAN    (AUS RING)

 X-MATRIX

SE1       1   1     0.          2   1     2.546237    3   1     0.
SN2*      1   2     1.777241    2   2     0.934871    3   2     0.824101
SE2*      1   3     1.897822    2   3    -0.994303    3   3    -0.824101
SN1       1   4     0.          2   4    -2.427372    3   4     0.
SE2       1   5    -1.897822    2   5    -0.994303    3   5     0.824101
SN2       1   6    -1.777240    2   6     0.934871    3   6    -0.824101
C3*       1   7     1.365469    2   7     0.164624    3   7     2.755202
C2*       1   8     3.627107    2   8     2.018741    3   8     0.482200
C1        1   9     0.541542    2   9    -3.514311    3   9     1.698454
C1*       1  10    -0.541542    2  10    -3.514311    3  10    -1.698454
C3        1  11    -1.365469    2  11     0.164624    3  11    -2.755202
C2        1  12    -3.627107    2  12     2.018741    3  12    -0.482200
         -1   0     0.          0   0     0.          0   0     0.
```

MATRIX-PROBLEM 3. NOAT= 12 51 INTERNE KOORDINATEN.
HEXAMETHYLTRITELLURA-TRISTANNINAN PHAM MOLEK.1

X-MATRIX

TE12	1	1	0.	2	1	2.828358	3	1	0.026468
SN13	1	2	1.817882	2	2	0.995459	3	2	0.867792
TE13	1	3	2.121549	2	3	-1.074555	3	3	-0.881550
SN11	1	4	-0.009768	2	4	-2.599351	3	4	0.001048
TE11	1	5	-2.124814	2	5	-1.113065	3	5	0.893212
SN12	1	6	-1.804850	2	6	0.963154	3	6	-0.906970
C15	1	7	1.255497	2	7	0.115345	3	7	2.814783
C16	1	8	3.834567	2	8	2.037285	3	8	0.955838
C11	1	9	0.737293	2	9	-3.809048	3	9	1.648524
C11	1	10	-0.662012	2	10	-3.790851	3	10	-1.699113
C15	1	11	-1.112726	2	11	0.146141	3	11	-2.850851
C14	1	12	-3.804882	2	12	1.889680	3	12	-1.003978
	-1	0	0.	0	0	0.	0	0	0.

b) Tetramethylhexachalkogenatetrastannaadamantane

Z-MATRIX

ADAMANTAN
OHNE TORSIONEN

1	1	1	1.0000	2	2	1	1.0000	3	3	1	1.0000	4	4	1	1.0000
5	5	1	1.0000	6	6	1	1.0000	7	7	1	1.0000	8	8	1	1.0000
9	9	1	1.0000	10	10	1	1.0000	11	11	1	1.0000	12	12	1	1.0000
13	13	2	1.0000	14	14	2	1.0000	15	15	2	1.0000	16	16	2	1.0000
17	17	3	1.0000	18	18	3	1.0000	19	19	3	1.0000	20	20	3	1.0000
21	21	3	1.0000	22	22	3	1.0000	23	23	4	1.0000	24	24	4	1.0000
25	25	4	1.0000	26	26	4	1.0000	27	27	4	1.0000	28	28	4	1.0000
29	29	4	1.0000	30	30	4	1.0000	31	31	4	1.0000	32	32	4	1.0000
33	33	4	1.0000	34	34	4	1.0000	35	35	5	1.0000	36	36	5	1.0000
37	37	5	1.0000	38	38	5	1.0000	39	39	5	1.0000	40	40	5	1.0000
41	41	5	1.0000	42	42	5	1.0000	43	43	5	1.0000	44	44	5	1.0000
45	45	5	1.0000	46	46	5	1.0000	1	2	6	1.0000	1	3	6	1.0000
2	3	6	1.0000	4	5	6	1.0000	4	6	6	1.0000	5	6	6	1.0000
7	8	6	1.0000	7	9	6	1.0000	8	9	6	1.0000	10	11	6	1.0000
10	12	6	1.0000	11	12	6	1.0000	1	13	7	1.0000	2	13	7	1.0000
3	13	7	1.0000	4	14	7	1.0000	5	14	7	1.0000	6	14	7	1.0000
7	15	7	1.0000	8	15	7	1.0000	9	15	7	1.0000	10	16	7	1.0000
11	16	7	1.0000	12	16	7	1.0000	1	4	8	1.0000	2	7	8	1.0000
3	10	8	1.0000	5	8	8	1.0000	6	11	8	1.0000	9	12	8	1.0000

MATRIX-PROBLEM 4. NOAT= 14 46 INTERNE KOORDINATEN.
ZINN-SCHWEFEL-ADAMANTAN - MONOKLIN C2/C (SCHERER)
OHNE TORSIONEN

X-MATRIX

SN11	1	1	1.340796	2	1	1.340295	3	1	1.348173
SN12	1	2	-1.340796	2	2	-1.340295	3	2	1.348173
SN23	1	3	1.345124	2	3	-1.361539	3	3	-1.348173
SN24	1	4	-1.345124	2	4	1.361539	3	4	-1.348173
S4 1	1	5	0.	2	5	0.	3	5	2.788306
S1 2	1	6	2.788770	2	6	0.023079	3	6	-0.031232
S2 3	1	7	0.028592	2	7	2.801339	3	7	-0.027762
S2 4	1	8	-0.028592	2	8	-2.801339	3	8	-0.027761
S1 5	1	9	-2.788770	2	9	-0.023079	3	9	-0.031232
S3 6	1	10	0.	2	10	0.	3	10	-2.788306
C1 1	1	11	2.538534	2	11	2.542619	3	11	2.644292
C1 2	1	12	-2.538533	2	12	-2.542619	3	12	2.644293
C2 3	1	13	2.556404	2	13	-2.584691	3	13	-2.647763
C2 4	1	14	-2.556405	2	14	2.584692	3	14	-2.647763
	-1	0	0.	0	0	0.	0	0	0.

MATRIX-PROBLEM 5. NOAT= 14 46 INTERNE KOORDINATEN.
ZINN - SELEN - ADAMANTAN
OHNE TORSIONEN

X-MATRIX

SN1	1	1	1.378785	2	1	1.425951	3	1	1.413213
SN2	1	2	-1.378381	2	2	-1.387601	3	2	1.375515
SN3	1	3	1.428670	2	3	-1.357731	3	3	-1.406672
SN4	1	4	-1.370713	2	4	1.444549	3	4	-1.407299
SE1	1	5	0.000002	2	5	-0.000002	3	5	2.985473
SE2	1	6	2.978574	2	6	0.003119	3	6	0.054086
SE3	1	7	0.062436	2	7	3.008135	3	7	-0.028144
SE4	1	8	0.075814	2	8	-2.950574	3	8	0.009241
SE5	1	9	-2.932437	2	9	0.017553	3	9	-0.029561
SE6	1	10	0.	2	10	0.000001	3	10	-2.985477
C1	1	11	2.656302	2	11	2.597040	3	11	2.694073
C2	1	12	-2.693340	2	12	-2.618220	3	12	2.540471
C3	1	13	2.711700	2	13	-2.547312	3	13	-2.664031
C4	1	14	-2.526940	2	14	2.740290	3	14	-2.651306
	-1	0	0.	0	0	0.	0	0	0.

Veröffentlichungen, Vorträge und Poster

Mathiasch, B.; Blecher, A.: Zinn-Chalkogen-Heterocyclen I.
2.4.6-Hexamethyl-1.3.5-triselena-2.4.6-tristannacyclohexan
Massen- und Schwingungsspektren
Bull. Soc. Chim. Belg. 84, 1045 (1975)

Blecher, A.: Chalcogene Redistribution in Trichalcogenatristanninanes
Poster: 2. Intern. Conf. on the Organometallic and Coordination
Chemistry of Ge, Sn, Pb-Nottingham GB (1977)

Blecher, A.: Chalkogenaustausch bei Hexamethyltrichalkogenatri-
stanninanen
Vortrag: 17. Hauptversammlung der GdCh München (1977)

Dräger, M.; Blecher, A.; Jacobsen, H.J.; Krebs, B.: Molekül- und
Kristallstruktur von Hexamethylcyclotristannaselena $[(CH_3)_2SnSe]_3$
J. Organomet. Chem. 161, 319 (1978)

Blecher, A.; Mathiasch, B.: Zinn-Chalkogenheterocyclen,
VIII Dimethylzinntellurid, ein Sechsring
Z. Naturforsch. B 33, 246 (1978)

Blecher, A.; Dräger, M.: 2,2,4,4,6,6-Hexamethyl-cyclotristanna-
telluran, ein Sn_3Te_3-Ring mit C_2-Symmetrie
Angew. Chem. 91, 740 (1979)

Blecher, A.; Dräger, M.: Structures of Tin-Selenium and Tin-
Tellurium Heterocycles
Vortrag: IX. Intern. Conf. on Organometallic Chemistry-Dijon F (1979)

Blecher, A.; Mathiasch, B.; Mitchell, T.N.: Fourier Transform NMR Investigations of Organotin Compounds
IX. Tin-119 NMR Spectra of Organotin Chalkogenides of the Type $R_6Sn_3X_2$ and $R_6Sn_3X_3$ (X = S, Se, Te)
J. Organomet. Chem. 184, 175 (1980)

Dräger, M.; Mathiasch, B.; Blecher, A.: Korrelation zwischen Bindungslängen und -Winkeln, Valenzkraftkonstanten und NMR-Kopplungen in $Se_2Sn_3Me_6$ und $Se_3Sn_3Me_6$
Poster: KSAM, Darmstädter Symposium, Strukturanalyse und Theoretische Chemie Darmstadt 1980
Fresenius Z. Anal. Chem. im Druck (1980)

Die vorliegende Arbeit wurde in der Zeit von Mai 1975 bis November 1980 unter Leitung von Herrn Prof. Dr. G. Gattow am Institut für Anorganische Chemie und Analytische Chemie der Johannes Gutenberg-Universität, Mainz, angefertigt.

Herrn Prof. Dr. G. Gattow sei für seine Betreuung und für die stetige freundliche Unterstützung gedankt.

Herrn Prof. Dr. M. Dräger und Herrn Dr. B. Mathiasch gebührt besonderer Dank für ihre Ratschläge und ihre ständige Diskussionsbereitschaft im Verlauf der Arbeit.

Herrn Prof. Dr. T.N. Mitchell (Universität Dortmund) danke ich für die Aufnahme der ^{119}Sn-NMR-Spektren, sowie Herrn Prof. Dr. L. Rösch (TU Berlin) für die Aufnahme eines Raman-Spektrums und Herrn Dr. R. Link (früher Abt. Prof. Gütlich) für die Aufnahme der Mößbauerspektren.
Den Angestellten des Instituts danke ich für ihre stete Hilfsbereitschaft.

Lebenslauf

1945 5. Juni geboren in Rodheim v.d.H.
Eltern Heinrich Blecher (gefallen Januar 1945)
und Frau Else, geb. Frank

1951 Einschulung Volksschule Schwabsburg

1955 Neuspr. Gymnasium Oppenheim

1958 Neuspr. Gymnasium Traben-Trarbach

1965 Humboldt-Schule Wiesbaden

1966 Abitur an der Humboldt-Schule Wiesbaden
Immatrikulation an der Johannes Gutenberg Universität
Mainz im Fach Chemie zum WS 66/67

1971 Juli Diplomvorprüfung in Chemie

1973 August mdl. Diplomhauptprüfung
Dezember Eheschließung mit Ursula Kley

1975 März Fertigstellung der Diplomarbeit mit dem Titel:
2.4.6-Hexamethyl- 1.3.5-Trithia- 2.4.6-Tristannacyclo-
hexan und 2.4.6-Hexamethyl-1.3.5-Triselena-2-4-6-Tri-
stannacyclohexan Untersuchungen zur Darstellung, Kon-
formation und zu Austauschreaktionen im binären System.
April Erteilung des Grades Diplom-Chemiker

1977 Januar mit der Verwaltung der Stelle eines wiss. Mit-
arbeiters A 13 a.t. beauftragt

1978 18. Januar Geburt des Sohnes Björn

1979 27. März Geburt des Sohnes Wolf